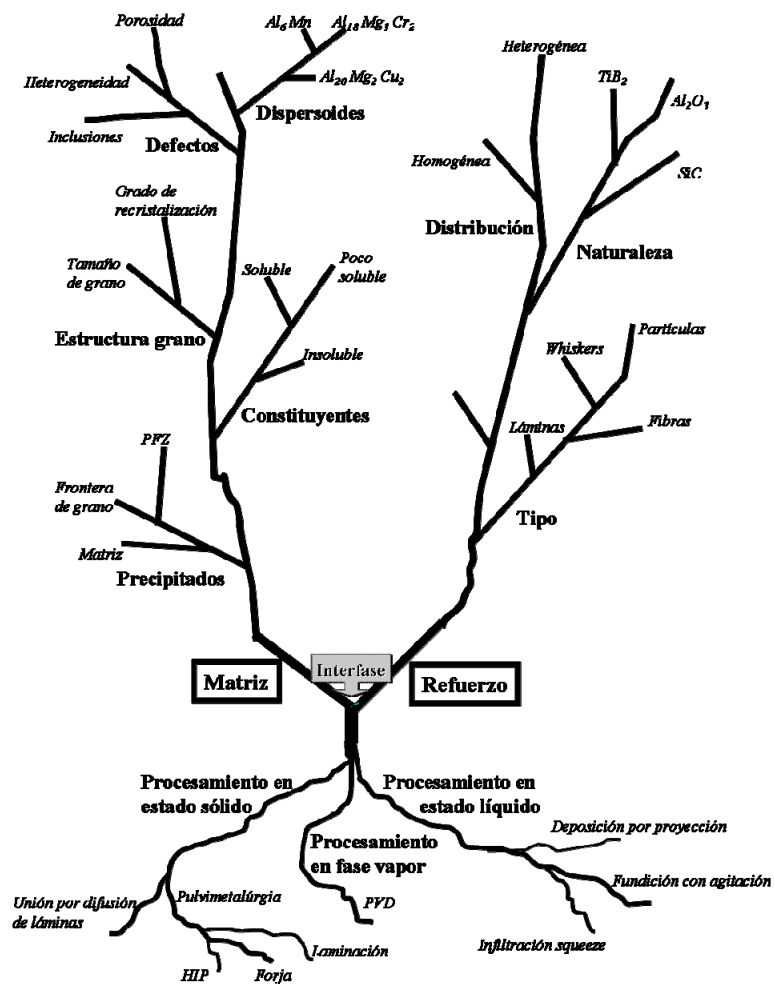


ADVERTIMENT. La consulta d'aquesta tesi queda condicionada a l'acceptació de les següents condicions d'ús: La difusió d'aquesta tesi per mitjà del servei TDX (www.tesisenxarxa.net) ha estat autoritzada pels titulars dels drets de propietat intel·lectual únicament per a usos privats emmarcats en activitats d'investigació i docència. No s'autoritza la seva reproducció amb finalitats de lucre ni la seva difusió i posada a disposició des d'un lloc aliè al servei TDX. No s'autoritza la presentació del seu contingut en una finestra o marc aliè a TDX (framing). Aquesta reserva de drets afecta tant al resum de presentació de la tesi com als seus continguts. En la utilització o cita de parts de la tesi és obligat indicar el nom de la persona autora.

ADVERTENCIA. La consulta de esta tesis queda condicionada a la aceptación de las siguientes condiciones de uso: La difusión de esta tesis por medio del servicio TDR (www.tesisenred.net) ha sido autorizada por los titulares de los derechos de propiedad intelectual únicamente para usos privados enmarcados en actividades de investigación y docencia. No se autoriza su reproducción con finalidades de lucro ni su difusión y puesta a disposición desde un sitio ajeno al servicio TDR. No se autoriza la presentación de su contenido en una ventana o marco ajeno a TDR (framing). Esta reserva de derechos afecta tanto al resumen de presentación de la tesis como a sus contenidos. En la utilización o cita de partes de la tesis es obligado indicar el nombre de la persona autora.

WARNING. On having consulted this thesis you're accepting the following use conditions: Spreading this thesis by the TDX (www.tesisenxarxa.net) service has been authorized by the titular of the intellectual property rights only for private uses placed in investigation and teaching activities. Reproduction with lucrative aims is not authorized neither its spreading and availability from a site foreign to the TDX service. Introducing its content in a window or frame foreign to the TDX service is not authorized (framing). This rights affect to the presentation summary of the thesis as well as to its contents. In the using or citation of parts of the thesis it's obliged to indicate the name of the author

EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA EN LAS PROPIEDADES DE MATERIALES COMPUESTOS BASE ALUMINIO



Enrique Martín Fuentes

TESIS DOCTORAL

EFECTO DE LA MICROESTRUCTURA EN LAS PROPIEDADES DE MATERIALES COMPUESTOS BASE ALUMINIO

Enrique Martín Fuentes

Memoria de Tesis presentada para optar
al grado de Doctor en Ingeniería
por la Universitat Politècnica de Catalunya.

Dirigida por el Dr. Antonio Forn Alonso

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería
Metalúrgica
Centro de Diseño de Aleaciones Ligeras y Tratamientos de
Superficie
Escuela Politécnica Superior de Ingeniería de Vilanova i la Geltrú
Universitat Politècnica de Catalunya

Septiembre de 2007



Departament de Ciència dels
Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA



Agradecimientos

Este suele ser un apartado considerado obligado por educación, y que el lector suele obviar, pero para este doctorando, desde el más profundo reconocimiento y respecto a las personas y grupos citados, es un acto de justicia.

En primer lugar, al Dr. Antonio Forn, director de esta tesis y mucho más. Gracias a él muchas personas en la escuela de ingeniería de Vilanova i la Geltrú hemos podido aspirar a entrar en el apasionante mundo de la investigación y de las relaciones con otros grupos de trabajo de cualquier parte del mundo.

A los integrantes del proyecto MISPOM, que en la primera reunión a la que asistí, en una ya lejana primavera inglesa, no me preguntaron por mi titulación académica, y sí por el trabajo que había realizado. Ellos me acogieron en un nuevo mundo. Gracias especialmente al Dr. Phil Powell, de DERA, y a los Doctores Alain Rapoport y Jérôme Foulquier, de EADS, pero también, por la buena colaboración que siempre hubo, al resto del equipo.

A mis compañeros del Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica de la Escuela de Ingeniería de Vilanova i la Geltrú y del Grupo de Investigación CDAL, de la UPC, por su ayuda todos estos años y su comprensión.

Gracias especialmente a la Dra. Maite Baile y al Dr. Josep Anton Picas, así como a Sergi Menargues, doctorando. Muchas han sido las horas de sana convivencia, de trabajo conjunto, de discusiones fructíferas y de amistad compartida.

Teniendo que ser la primera, y por protocolo la última en estos casos, gracias a mi familia. A mi esposa Manuela y a mis hijos Óscar y Alex. Las múltiples horas robadas a su dedicación no podrán ser resarcidas, y por ello es más de agradecer que, a pesar de todo, aún cuenten contigo en sus vidas. A mis padres, Enrique y Carmen que con su sacrificio hicieron posibles mis estudios iniciales, brindándome una oportunidad que otras generaciones no tuvieron. Lamentar ante todo que mi padre no pueda presenciar este momento.

A Manuela, Óscar y Alex.
A mis padres.

ÍNDICE

	Pág.
Índice.....	i
Resumen.....	vii
Abstract.....	ix
 1. INTRODUCCIÓN	 1
1.1. INTRODUCCIÓN	3
1.2. OBJETIVO DE LA TESIS	7
 2. ESTADO DEL ARTE	 9
2.1. INTRODUCCIÓN	11
2.2. MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ DE ALUMINIO (AMC).	12
2.3. PROCESOS DE FABRICACIÓN DE AMC	21
2.3.1. MÉTODOS DE FABRICACIÓN EN ESTADO LÍQUIDO	21
2.3.2. MÉTODOS DE FABRICACIÓN EN ESTADO SÓLIDO	27
2.3.3. MÉTODOS DE FABRICACIÓN EN ESTADO SEMISÓLIDO	28
2.3.4. PROCESOS DE DEPOSICIÓN	28
2.3.5. PROCESOS DE FABRICACIÓN <i>IN SITU</i>	30
2.3.6. PROCESOS DE MECANIZADO, DE UNIÓN Y DE RECICLADO	31
2.4. METALURGIA FÍSICA DE LOS AMC	34
2.4.1. ALEACIONES ALCuMG.	34
2.4.2. ALEACIONES ALSiMG.	40
2.4.3. MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ DE ALUMINIO.....	43

2.5. PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS AMC	45
2.6. PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS AMC	46
2.6.1. INTERFASE MATRIZ-REFUERZO Y TENSIONES RESIDUALES.....	48
2.6.2. COMPORTAMIENTO ELÁSTICO.....	49
2.6.3. COMPORTAMIENTO PLÁSTICO.....	50
2.6.4. COMPORTAMIENTO A FATIGA.....	54
2.7. TRIBOLOGÍA DE LOS AMC.	57
2.8. COMPORTAMIENTO FRENTE A LA CORROSIÓN DE LOS AMC	61
2.8.1. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO.....	61
2.8.2. ELECTROQUÍMICA DE LA CORROSIÓN DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO.....	62
2.8.3. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS BASE ALUMINIO.....	65
3. MATERIALES	69
3.1. ALEACIÓN A359	71
3.2. MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20P	72
3.3. ALEACIÓN A2124	73
3.4. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17P	74
4. MÉTODOS EXPERIMENTALES	77
4.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL	79
4.1.1. PREPARACIÓN DE PROBETAS METALGRÁFICAS.....	80
4.1.2. ANÁLISIS METALGRÁFICO CUANTITATIVO	81
4.2. REFUSIÓN DEL MATERIAL A359/SiC/20P	85
4.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS	85
4.3.1. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	86
4.4. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA	90

4.4.1. ENSAYOS DE TRACCIÓN	90
4.4.1.1. Preparación de las probetas	90
4.4.1.2. Procedimiento para los ensayos de tracción	92
4.4.2. ENSAYOS DE DUREZA.....	95
4.4.2.1. Ensayos de dureza Brinell (HB)	95
4.4.2.2. Ensayos de dureza Vickers (HV)	96
4.4.2.3. Ensayos de ultramicrodureza	97
4.4.3. ENSAYOS DE FATIGA	105
4.4.3.1. Probetas de fatiga	105
4.4.3.2. Análisis de los datos de los ensayos de fatiga	106
4.4.4. ENSAYOS TRIBOLÓGICOS.....	111
4.5. ENSAYOS DE CORROSIÓN	114
4.5.1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	114
4.5.2. PROCEDIMIENTO PARA EL ENSAYO DE CORROSIÓN EN CÁMARA DE NIEBLA SALINO-ACÉTICA (NSA)	114
4.5.3. PROCEDIMIENTO PARA LOS ESTUDIOS ELECTROQUÍMICOS	115
4.5.3.1. Curvas de polarización	115
4.5.3.2. Medidas de impedancia electroquímica (EIS)	116
5. RESULTADOS EXPERIMENTALES	119
5.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL	121
5.1.1. ALEACIÓN A359.....	121
5.1.2. MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20P	126
5.1.3. COMPONENTE DEL MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20P ...	135
5.1.4. REFUSIÓN DEL MATERIAL A359/SiC/20P	144
5.1.5. ALEACIÓN A2124	146
5.1.6. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17P.....	148

5.1.7. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	153
5.1.7.1. Influencia del proceso de fabricación en la distribución de las partículas	153
5.1.7.2. Efecto de las partículas de refuerzo en la porosidad.....	157
5.1.7.3. Influencia de las partículas de refuerzo en el tamaño de grano	161
5.1.7.4. Efecto de las partículas de refuerzo y del procesado en la morfología del silicio	165
5.1.8. CONCLUSIONES	168
5.2. EFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS EN LA DUREZA DE LOS DISTINTOS MATERIALES	171
5.2.1. ALEACIÓN A2124.	171
5.2.2. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17P.	173
5.2.3. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	176
5.2.3.1. Efecto de los tratamientos térmicos en la aleación A2124.	176
5.2.3.2. Efecto de los tratamientos térmicos en el material A2124/SiC/17p.	177
5.2.3.3. Efecto de las partículas de refuerzo en los tratamientos térmicos.	182
5.2.4. CONCLUSIONES	184
5.3. EFECTO DEL REFUERZO, DE LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS Y DE LA TEMPERATURA EN EL COMPORTAMIENTO A TRACCIÓN	185
5.3.1. ALEACIÓN A359.	185
5.3.2. MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20P.	189
5.3.3. ALEACIÓN A2124.	197
5.3.4. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17P.	205
5.3.5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	217
5.3.5.1. Efecto del proceso de fabricación en la resistencia mecánica	217
5.3.5.2. Efecto del refuerzo en el módulo elástico.....	219
5.3.5.3. Efecto del refuerzo en la resistencia mecánica ...	227

5.3.5.4. Efecto de la temperatura en el comportamiento mecánico	241
5.3.5.5. Efecto de los tratamientos térmicos en las propiedades mecánicas	248
5.3.6. CONCLUSIONES	256
5.4. COMPORTAMIENTO A FATIGA	259
5.4.1. ALEACIÓN A359 T6.....	259
5.4.2. MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20P T6.	261
5.4.3. ALEACIÓN A2124 T4.	265
5.4.4. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17P T4.	269
5.4.5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	280
5.4.5.1. Efecto del refuerzo y los defectos en el límite de fatiga.	280
5.4.5.2. Efecto del refuerzo y los defectos en la propagación de grietas de fatiga.	288
5.4.6. CONCLUSIONES	297
5.5. COMPORTAMIENTO TRIBOLÓGICO DE LOS DISTINTOS MATERIALES	299
5.5.1. ALEACIÓN A359.	299
5.5.2. MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20P.	303
5.5.3. ALEACIÓN A2124.	308
5.5.4. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17P.	312
5.5.5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	317
5.5.5.1. Efecto del refuerzo en el coeficiente de fricción..	317
5.5.5.2. Efecto del refuerzo en la resistencia al desgaste	321
5.5.6. CONCLUSIONES	333
5.6. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN	335
5.6.1. ALEACIÓN A359.	335
5.6.2. MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20P.	341

5.6.3. ALEACIÓN A2124.	348
5.6.4. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17P.	351
5.6.5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS.	358
5.6.5.1. Efecto del medio en la resistencia a la corrosión en disoluciones de NaCl.	358
5.6.5.2. Influencia del refuerzo en la resistencia a la corrosión en disoluciones de NaCl.	362
5.6.5.3. Influencia de los tratamientos térmicos en la resistencia a la corrosión en disoluciones de NaCl.	372
5.6.6. CONCLUSIONES	375
6. CONCLUSIONES GENERALES	377
6.1. CONCLUSIONES	379
6.2. NUEVOS PROYECTOS Y PROPUESTAS.....	382
7. BIBLIOGRAFIA	385
8. PUBLICACIONES DERIVADAS DE ESTA TESIS	419
8.1. PUBLICACIONES EN REVISTA	421
8.2. PUBLICACIONES EN CONGRESOS	423
9. ANEXOS	427
9.1. RELACIÓN DE TABLAS	429
9.2. RELACIÓN DE FIGURAS	433

RESUMEN

El aluminio y sus aleaciones son las matrices metálicas más utilizadas para la fabricación de materiales compuestos, debido a su baja densidad, capacidad de endurecimiento por precipitación, buena resistencia a la corrosión y elevadas conductividades térmica y eléctrica.

Las propiedades de los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con partículas cerámicas (AMCp) dependen de su microestructura, composición, proceso de conformación, tamaño y distribución de las partículas de refuerzo y grado de adhesión entre la matriz y las partículas. En este trabajo se revisan los antecedentes y el estado del arte de estos materiales, y se realiza un estudio con el fin de determinar la interdependencia entre microestructura, proceso de fabricación y propiedades.

Se han obtenido componentes mediante distintos procesos metalúrgicos: un material de forja, producido con la aleación 2124, y otro de fundición, con la aleación 359, ambos reforzados con partículas de SiC.

La caracterización microestructural de los distintos materiales estudiados permite determinar el efecto del proceso y del refuerzo en la porosidad y en la microestructura. El proceso de pulvimetalurgia y forja proporciona un material con menos defectos y con una distribución más homogénea del refuerzo que el proceso de moldeo.

La optimización de los tratamientos térmicos en los materiales con matriz 2124 permite determinar el efecto del refuerzo en la cinética de precipitación. Las propiedades mecánicas se determinan mediante ensayos de tracción y de dureza. Estos ensayos ponen de manifiesto que la adición de partículas de refuerzo a las aleaciones de aluminio incrementa la resistencia a la tracción y el módulo elástico, y disminuye la ductilidad. Este efecto se incrementa con una distribución homogénea del refuerzo.

El comportamiento en servicio se evalúa mediante ensayos tribológicos, ensayos de fatiga y estudios de corrosión. Los resultados ponen de manifiesto que la incorporación de partículas de SiC a las aleaciones de aluminio mejora la resistencia al desgaste e incrementa el coeficiente de fricción de estos materiales. También se mejora la resistencia a la fatiga, observándose una mayor resistencia a la nucleación de grietas, pero una mayor velocidad de crecimiento de las mismas. La influencia del refuerzo en la corrosión se debe a la precipitación localizada de compuestos intermetálicos y a la generación de tensiones en las interfases matriz/refuerzo.

ABSTRACT

Aluminium and its alloys are the metallic matrixes most used in order to the manufacture of composites, due to its low density, capability of precipitation hardening, good corrosion resistance and high thermal and electrical conductivities.

The properties of the aluminium matrix composites reinforced with ceramic particles (AMCp) depend on its microstructure; composition; manufacturing process; reinforcement particles size and distribution; and grade of adhesion between the matrix and particles. The background and the status of the art of these materials come under review in this work, and a study with the aim of determining the interdependence among microstructure, process of manufacture and properties comes true.

The components by means of different metallurgic processes have been obtained: A forged material, manufactured with the alloy 2124, and another one of casting, with the alloy 359, both reinforced with SiC particles.

Characterization microstructure allows micro structural of different studied materials determining the effect of the process of the reinforcement in the porosity and microstructure. The process of powder metallurgy and forging provides a material with fewer defects and with a more homogenous distribution of the reinforcement than the casting process.

The optimization of heat treatments in materials with 2124 matrix allows determining the effect of the reinforcement in the kinetics of precipitation. The mechanical properties have been obtained by means of tensile and hardness tests. These essays reveal that the addition of reinforcement particles to the aluminium alloys increases the tensile strength and the elastic module, and decrease the ductility. This effect rises with a homogenous distribution of the reinforcement.

The in service behaviour is evaluated by means of tribological test; fatigue test and corrosion studies. The results bring forth how the incorporation of particles of SiC of aluminium improvement to the alloys wears resistance and it increases the friction coefficient of these materials. The fatigue properties show a greater resistance to the cracks nucleation, but a bigger rate of growth of the same. The influence of the reinforcement in corrosion is due to the precipitation localized of intermetallic compounds and the stresses generation in interphases between matrix and reinforcement.

Capítulo 1
INTRODUCCIÓN

1.1 INTRODUCCIÓN

Entre las cuestiones más importantes que afectan las industrias del transporte, especialmente las industrias aeronáuticas y de automoción, encontramos la necesidad de reducir el consumo de los vehículos así como de mejorar la comodidad y seguridad de los mismos. La mejora del confort (climatización, mecanismos de adaptación de los asientos y del habitáculo, dirección servo asistida, etc) y la mejora de la seguridad (ABS, airbag, barras laterales, etc.) han supuesto un incremento de los sistemas a instalar y, por tanto, de los componentes, lo que ha implicado un incremento del peso y, en consecuencia, del consumo.

Una disminución del consumo energético se puede alcanzar mejorando el rendimiento de los motores y dispositivos, así como utilizando materiales con propiedades específicas superiores a las que poseen los actualmente utilizados, lo que permitiría reducir el peso. La introducción de nuevos materiales en sectores tan competitivos implica también la necesidad de reducir costes en todo el proceso de fabricación (Fig. 1.1).

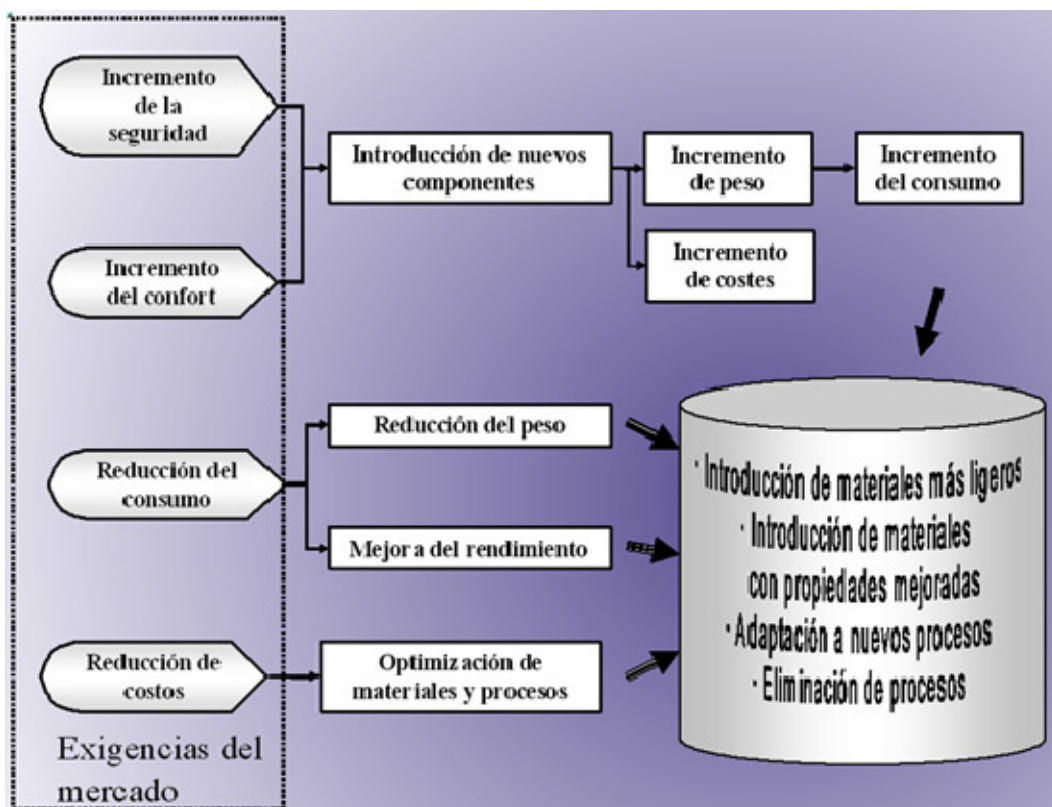


Fig. 1. 1 Fuerzas impulsoras de los cambios en las industrias del transporte.

Los materiales compuestos de matriz metálica (MMC) han sido objeto de múltiples investigaciones científicas y en las tres últimas décadas se han mostrado como una autentica alternativa para otros materiales. Mercados amplios de productos, como el de automoción, tienen en estos momentos componentes fabricados con MMC, mayoritariamente de materiales compuestos de matriz base aluminio (AMC). La utilización de estos materiales también ha encontrado un segmento de mercado en la aeronáutica y en los deportes de élite. Paralelamente, el interés científico ha crecido sustancialmente de cara a una mejor comprensión de los mecanismos que regulan su comportamiento.

La viabilidad industrial de estos materiales pasa necesariamente por la fabricación de componentes a precios competitivos. Uno de los problemas más importantes que han tenido los MMC ha sido precisamente el elevado coste de transformación, debido a que requieren procesos de fabricación específicos y más complejos que los tradicionales. El desarrollo de estas nuevas tecnologías permitirá reducir los costes de transformación y hacerlos más competitivos.

Esta tesis tiene su inicio en el proyecto europeo Brite Euram BRPR-CT97-0396 *Development of Models for the prediction of the In-Service Performance of MMC Components (MISPOM)*, proyecto en el que ha participado el Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, a través de su Delegación en Vilanova i la Geltrú, junto con *European Aeronautics Defense and Space Company Gie EADS* (Francia), *Teksid-Alutek SpA* (Italia), *Defence Evaluation and Research Agency*, DERA (Reino Unido), *Istituto Nazionale per la Fisica della Materia Università di Ancona* (Italia), *Erich-Schmid-Institute for Solid State Physics, ESI* (Austria) y *National University of Ireland-Galway, NUIG* (Irlanda).

En este proyecto se pretendía el desarrollo de nuevos modelos para la predicción del comportamiento en servicio de los

componentes obtenidos con estos materiales, especialmente para predecir su resistencia a fatiga. Simultáneamente se optimizaron el diseño y el proceso de fabricación con el propósito de reducir el coste de los productos, incrementar su vida útil y reducir el peso de los componentes.

Uno de los objetivos iniciales era la fabricación de componentes en un periodo no superior a los dos años después de finalizado el proyecto. Estos componentes ya se han incorporado a vehículos de serie: conector de las palas del helicóptero EC120 *colibrí*, fabricado por la empresa Eurocopter (Fig. 1.2), y tambor de freno fabricado para Fiat (Fig. 1.3)

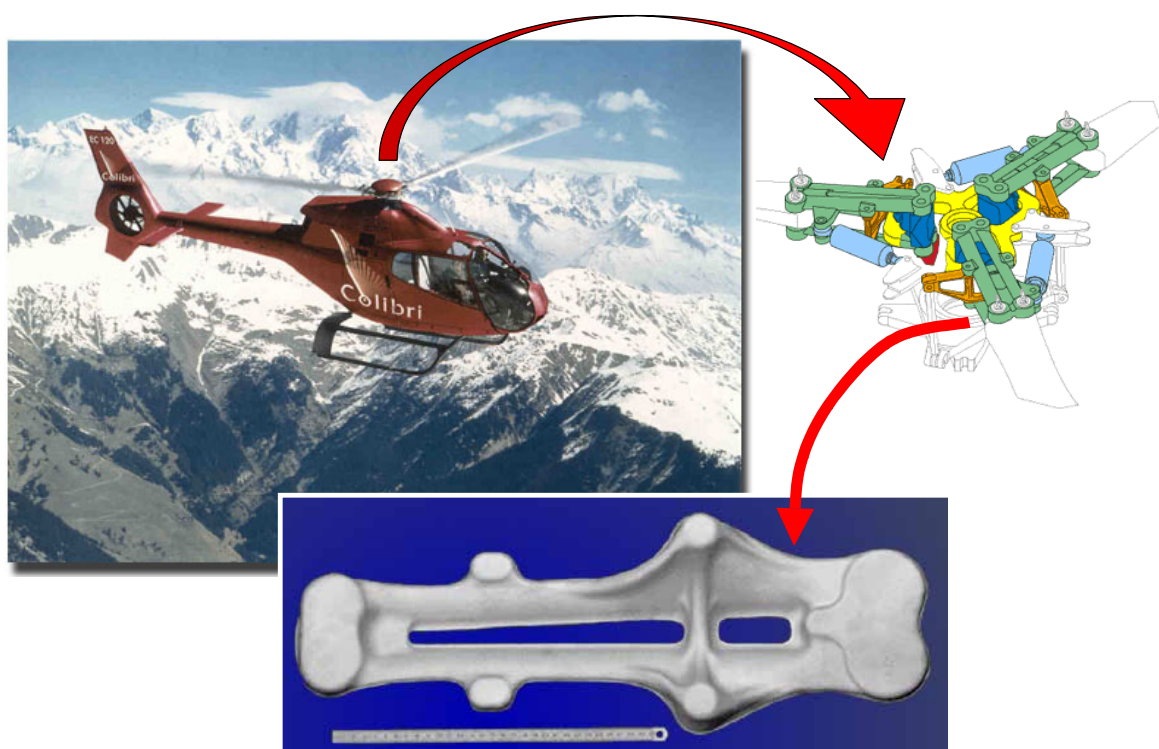


Fig. 1. 2 Helicóptero EC120 y conector de palas.

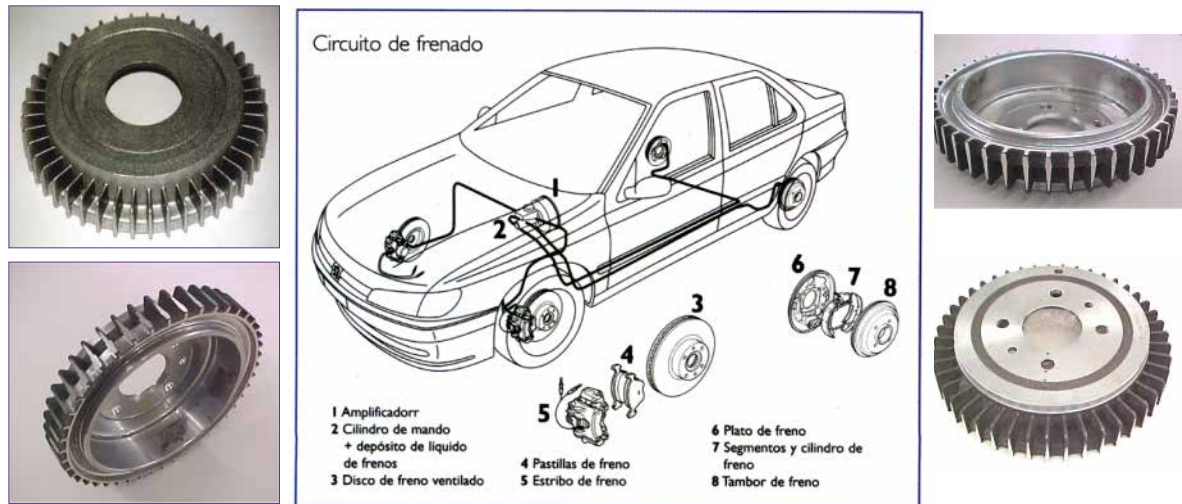


Fig. 1.3. Sistema de frenado de un automóvil y tambor de freno

1.2 OBJETIVO DE LA TESIS

El objetivo de esta tesis doctoral es determinar la influencia de la microestructura en las propiedades de estos materiales. Se estudiarán dos materiales con matrices de aluminio diferentes, obtenidos mediante distintos procesos metalúrgicos: un material de forja, producido con la aleación 2124, y otro de fundición, con la aleación 359, ambos reforzados con partículas discontinuas de SiC.

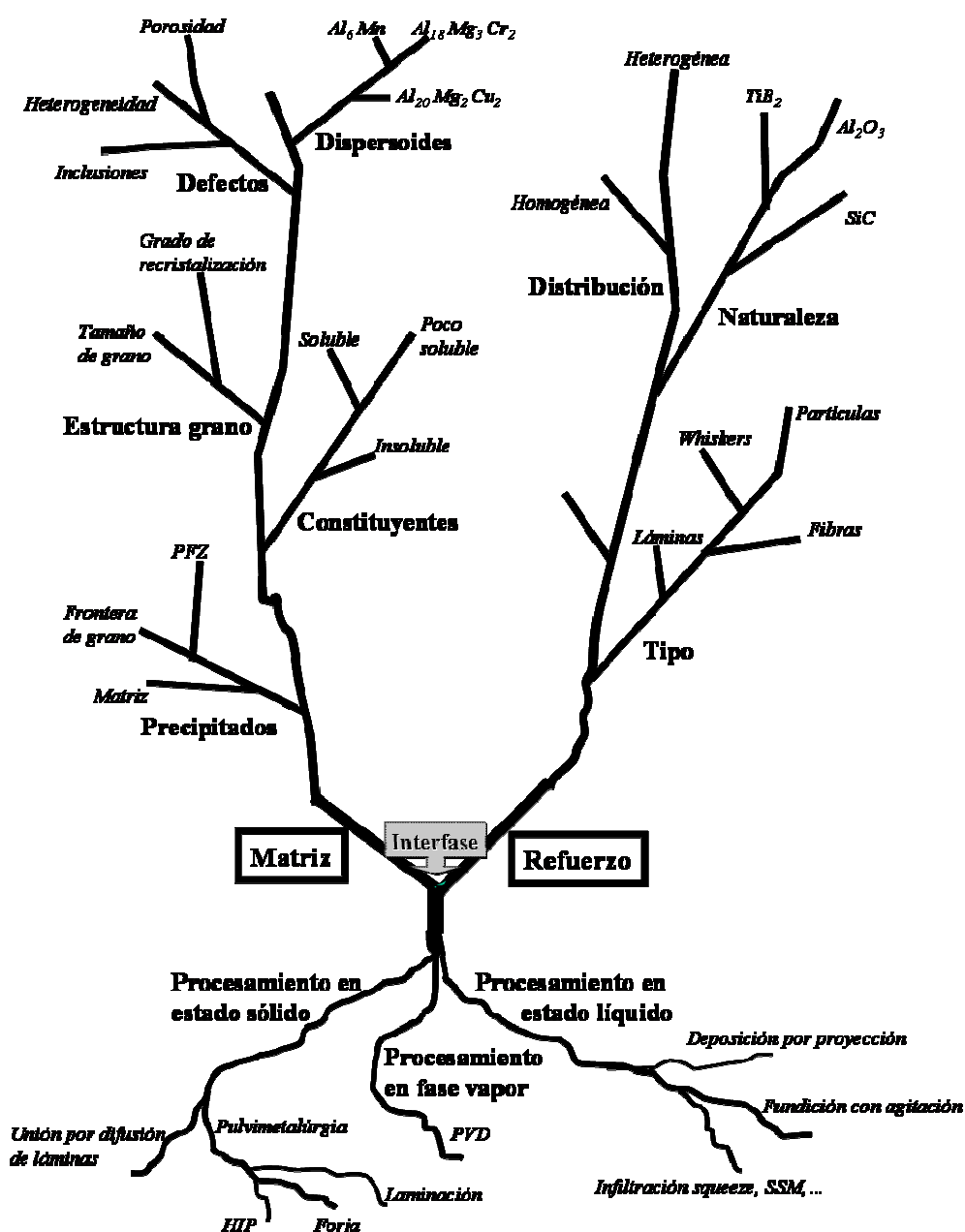


Fig. 1. 4. Materiales Compuestos de Matriz Metálica: Árbol de factores que afectan a sus características y propiedades.

Con la finalidad de determinar la interdependencia entre microestructura, proceso de fabricación y propiedades, el plan de trabajo incide en la caracterización microestructural, la determinación de propiedades mecánicas y el comportamiento en servicio.

Las propiedades mecánicas se determinarán mediante ensayos de tracción y de dureza. Estos mismos ensayos proporcionarán los parámetros para determinar los modelos de endurecimiento por deformación y capacidad de acumulación de daño.

El comportamiento en servicio se evaluará mediante ensayos tribológicos y estudios de corrosión, así como en el análisis de los ensayos de fatiga. Las propiedades tribológicas se determinarán a través de ensayos en equipo *pin-on-disk*, determinándose coeficientes de fricción y resistencia al desgaste. Los estudios de corrosión se realizarán con estudios de permanencia en ambientes salinos y estudios potencio-dinámicos.

Con todos estos estudios se pretende conseguir los siguientes objetivos:

1. Contribuir a determinar la influencia de las partículas de refuerzo en la cinética de precipitación de los materiales compuestos y a la optimización de los tratamientos térmicos.
2. Justificar el efecto de los tratamientos térmicos en la resistencia a tracción y en la dureza de los materiales compuestos de matriz metálica.
3. Establecer la influencia de la temperatura en la resistencia mecánica.
4. Contribuir al conocimiento del efecto de las partículas de refuerzo en las propiedades mecánicas, tribológicas y químicas.
5. Establecer los mecanismos de producción de defectos y su relación con los procesos de fabricación.
6. Determinar y justificar los mecanismos de daño.

Capítulo 2

ESTADO DEL ARTE

2.1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz metálica, formados por una aleación metálica reforzada con fases cerámicas, ofrecen varias ventajas respecto a las aleaciones metálicas monolíticas. Entre ellas se incluyen mayor resistencia a tracción y al desgaste así como mayor rigidez y bajo coeficiente de dilatación térmica, manteniendo una baja densidad y buena conductividad térmica. Todo ello se traduce en la posibilidad de disminuir el peso de los componentes , que pueden trabajar a mayores temperaturas mejorando algunas propiedades específicas. Sin embargo, estos materiales todavía se encuentran en los primeros estadios de desarrollo y sus aplicaciones en ingeniería son todavía muy limitadas, debido a los altos costes de transformación, baja tenacidad a fractura y poca capacidad de deformación plástica.

Los estudios desarrollados en los últimos años han demostrado que la utilización de refuerzos discontinuos en forma de whiskers o de partículas pueden proporcionar al componente propiedades isotrópicas desde el punto de vista macroscópico. La posibilidad de aplicar técnicas de conformación convencionales permite reducir coste de los componentes fabricados con este tipo de materiales.

Los mecanismos de deformación plástica y el comportamiento a la fatiga de estos materiales son críticos para el diseño de componentes, fundamentalmente en las industrias aeronáuticas y del automóvil. Para ello es fundamental el conocimiento de: el papel de la interfase matriz metálica - partículas de refuerzo; el origen y la distribución de las tensiones internas; los mecanismos de transferencia de carga; los modos posibles de fractura; y los mecanismos de nucleación y de propagación de grietas.

2.2. MATERIALES COMPUESTOS DE MATRIZ DE ALUMINIO (AMC)

Se define como material compuesto, o *composite*, a todo sistema, o combinación de materiales, constituido a partir de una unión no química de dos o más constituyentes, insolubles entre sí, y que da lugar a uno nuevo con propiedades características específicas, diferentes de las anteriores [ASM01]. La identificación de los componentes y de su interfase debe ser posible por medios físicos, y deben estar fabricados de forma artificial [Cha87], lo que excluye de la definición materiales naturales como la madera.

Para el análisis de los materiales compuestos se utilizan los términos *matriz* y *refuerzo* para designar los constituyentes de los mismos. La matriz sería el constituyente continuo, siendo el refuerzo el constituyente discreto. Las propiedades del nuevo material dependen tanto de las características de los constituyentes iniciales como del tipo de interfase. La matriz contribuye con un conjunto de propiedades como la ductilidad o la tenacidad, estabilizando al conjunto, y su misión principal sería distribuir y transferir las tensiones al refuerzo [HHE95], mientras que el refuerzo aporta rigidez, resistencia mecánica, resistencia a la temperatura, bajo coeficiente de dilatación térmica o resistencia al desgaste.

Los materiales compuestos se clasifican normalmente atendiendo a la naturaleza física o química de la matriz, así como a la naturaleza y distribución del refuerzo. En el caso de los materiales compuestos de matriz metálica, MCM o, en designación más común, MMC (*metal matrix composites*), los refuerzos principales son materiales cerámicos.

Atendiendo al conjunto, así como al procesado, los materiales compuestos se clasifican (Fig. 2.1):

- i. Por la matriz: metal, polímero, cerámica.

Por la forma y distribución del refuerzo: fibras continuas, fibras cortas, partículas y *whiskers*. Actualmente se tendría que considerar otra variedad: preformas infiltradas (Figs. 2.2y 2.3).

- ii. Por las técnicas de obtención: Métodos de fabricación en fase sólida, métodos de fabricación en fase líquida, procesos de deposición y procesos de obtención in situ.

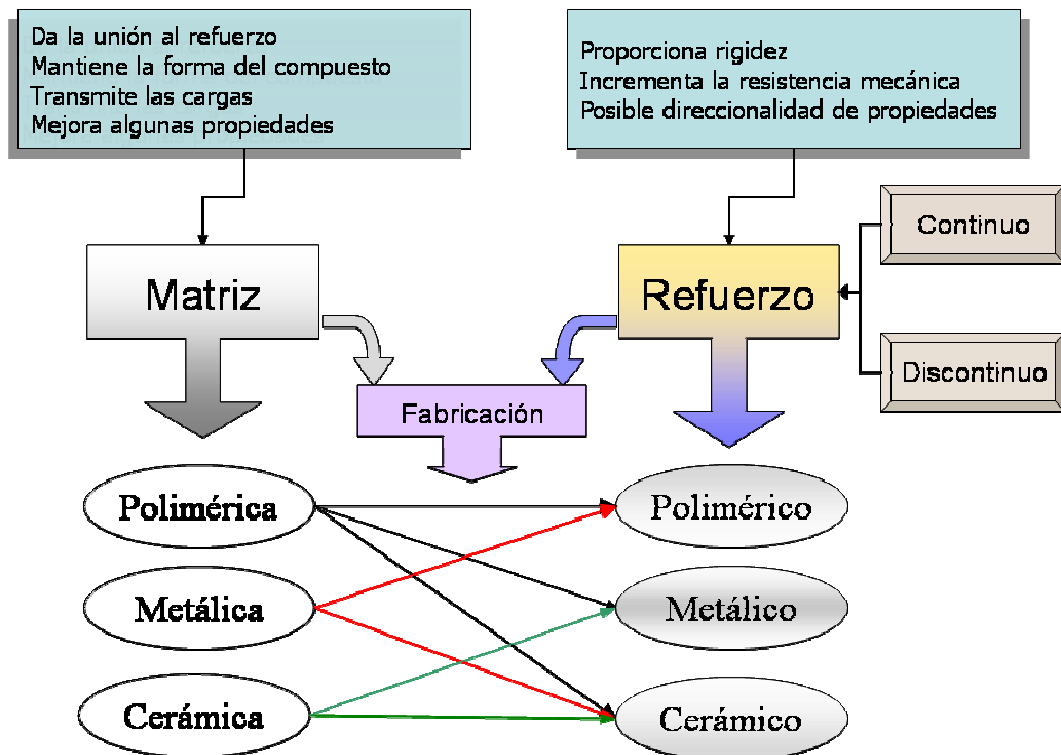
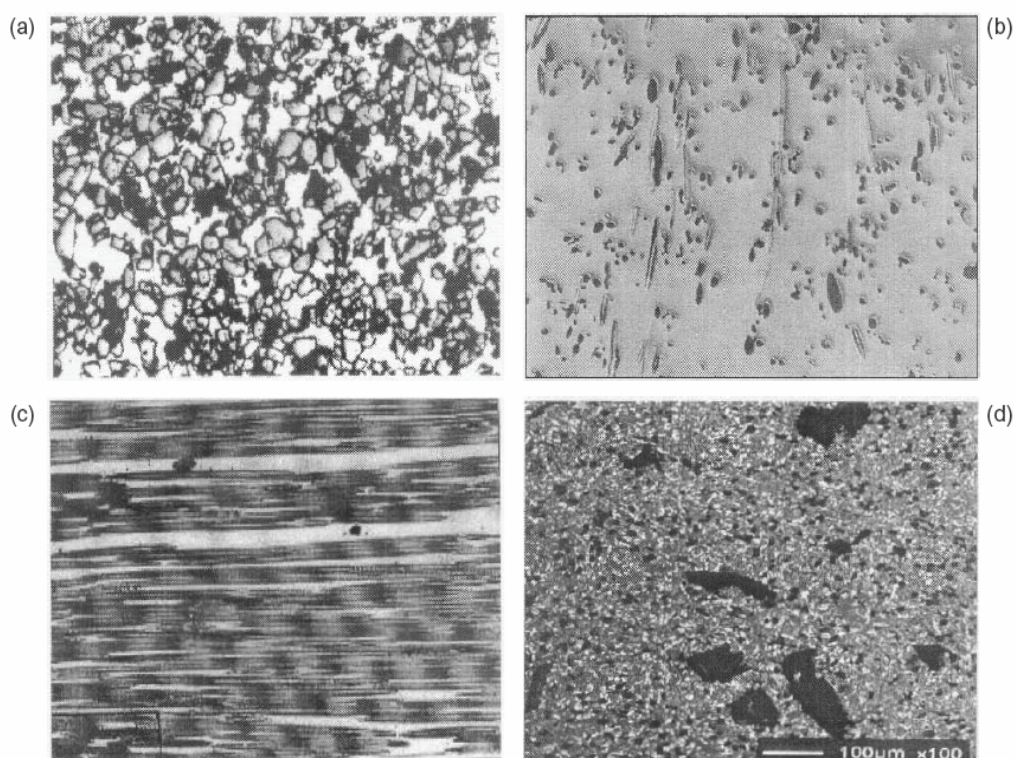
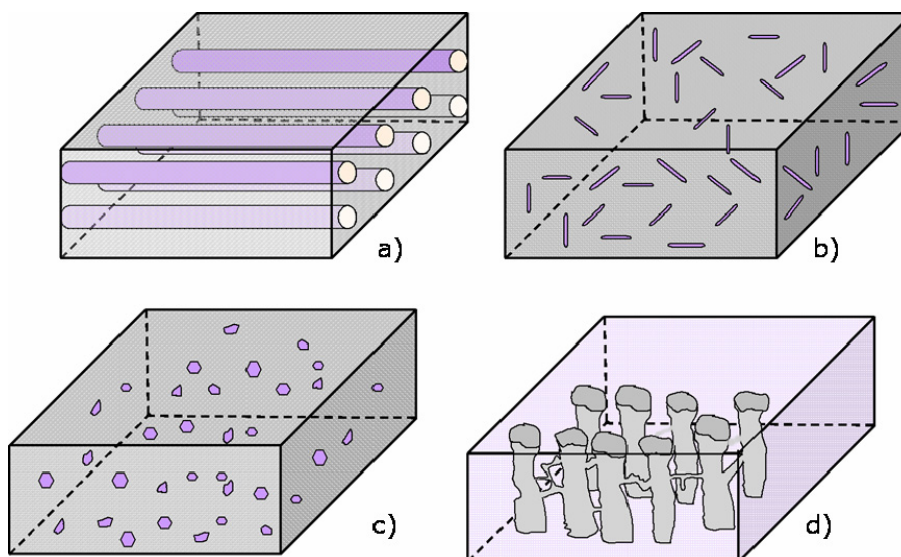


Fig. 2.1. Esquema de la clasificación de los materiales compuestos.

Las aleaciones metálicas más empleadas son las de Al, Ti, Mg y Cu, habiéndose considerado también superaleaciones base Ni para aplicaciones muy específicas.

El aluminio constituye la matriz más utilizada para la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica [Ahm01], llegando en la actualidad a representar el 69% del consumo de estos materiales [GSa06]. Ello es debido al conjunto de propiedades de estas aleaciones, que las hacen muy atractivas debido a su baja densidad, capacidad para endurecer por precipitación, buena resistencia a la corrosión y elevadas conductividades térmica y eléctrica. Las aleaciones más utilizadas han sido fundamentalmente aleaciones de las familias Al-Si o Al-Cu. Las series más utilizadas han sido las 2xxx y 6xxx, según designación ANSI H35.1 [Ans00], en el caso de

materiales obtenidos mediante procesos en estado sólido, o las aleaciones de la serie 3xx para los procesos en fase líquida.



Los refuerzos continuos más utilizados incluyen Al_2O_3 , C (grafito), SiC y B (recubierto de SiC). De ellos los más consumidos son el SiC y el Al_2O_3 [ASM01].

El SiC ofrece el mayor incremento de resistencia y de rigidez, siendo ligeramente más caro que la alúmina. La alúmina es ligeramente más densa que el SiC y tiene un coeficiente de dilatación térmica superior (Tabla 2.1). Otra característica diferencial de la alúmina es que es químicamente más estable que el SiC, lo que ofrece un mayor atractivo para los productos conformados por moldeo. El SiC sería la cerámica más atractiva por sus propiedades mecánicas, mientras que la alúmina lo sería por el menor coste.

Tabla 2.1. Propiedades físicas y mecánicas típicas de varias aleaciones de aluminio y cerámicas utilizadas como refuerzo en materiales compuestos de matriz metálica [Ahm01] [ASM93] [ASM01] [Mit04] [SAI01] [SSL95].

Material	Densidad /g.cm ⁻³	Módulo elástico /GPa	Relación de Poisson	Resistencia ⁽¹⁾ /MPa	Conduct. térmica /W.(m.K) ⁻¹	Coef. dilatación 10 ⁻⁶ /K ⁻¹
Matrices						
6061 T6	2,68	70	0,34	310	171,0	23,4
2124 T6	2,75	72	0,34	570	152,0	23,0
356.0 T6	2,68	73	0,33	228	151,0	21,5
Refuerzos						
SiC	3,21	430	0,20	2800	132,0	3,4
B ₄ C	2,52	450	0,21	3000	29,0	5,0
Al ₂ O ₃	3,962	350	0,25	2500	33,0	6,8
SiO ₂	2,66	73	0,17	4700	1,4	< 1
TiC	4,93	345	0,19	2500	21,0	7,4
TiB ₂	4,50	380	0,12	2500	25,0	8,1

⁽¹⁾ Resistencia a tracción para las aleaciones de aluminio, resistencia a compresión para los materiales cerámicos.

En el caso de los refuerzos discontinuos los más utilizados son SiC, Al_2O_3 , TiB₂, BN, B₄C, TiC, SiO₂ o TiB₂ (Tabla 2.1). Las fibras proporcionan mayor resistencia que el refuerzo discontinuo, así como una muy elevada anisotropía en los componentes, siendo muy

sensibles a las interacciones matriz-refuerzo y a la presencia de defectos.

La morfología más utilizada es la de refuerzos discontinuos, ya sea de partículas, whiskers o fibras cortas, debido a los costes elevados de producción de componentes reforzados con fibra continua [Raw01]. Es de señalar la variabilidad en las propiedades de estos refuerzos, según la forma, el proceso de obtención y el fabricante de los mismos.

Las propiedades específicas de estos materiales son excelentes (Fig. 2.4), siendo no obstante su coste más elevado que el de las aleaciones metálicas (Fig. 2.5), debido tanto al precio de la materia prima como de los costes de transformación [KSJ03].

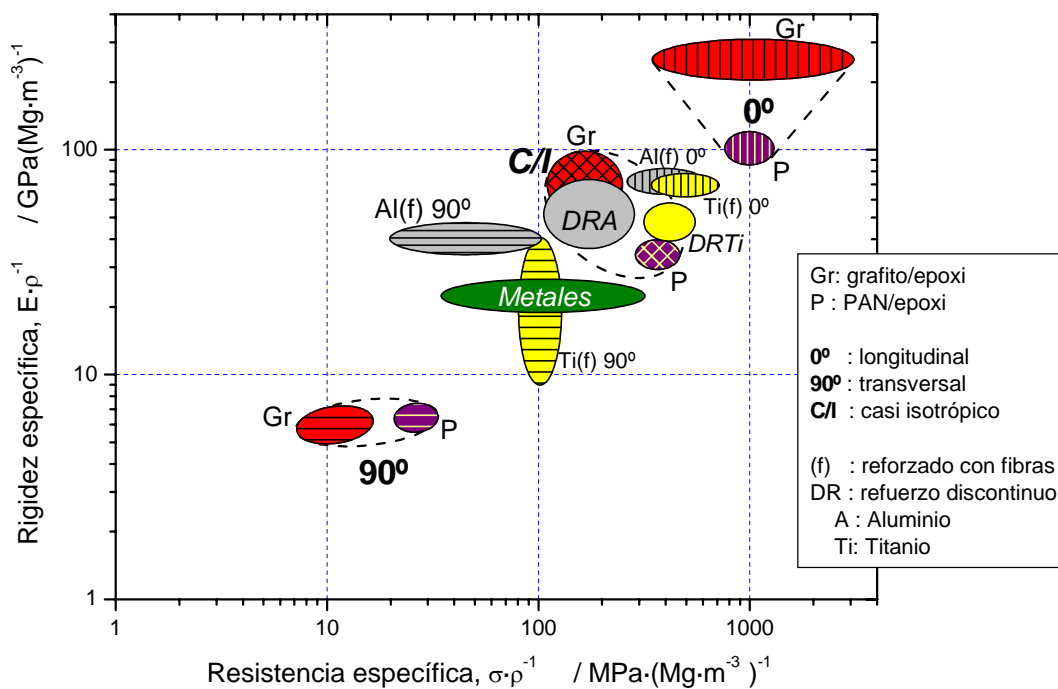


Fig. 2.4. Rigidez específica vs. resistencia específica para distintos materiales estructurales [Mir01].

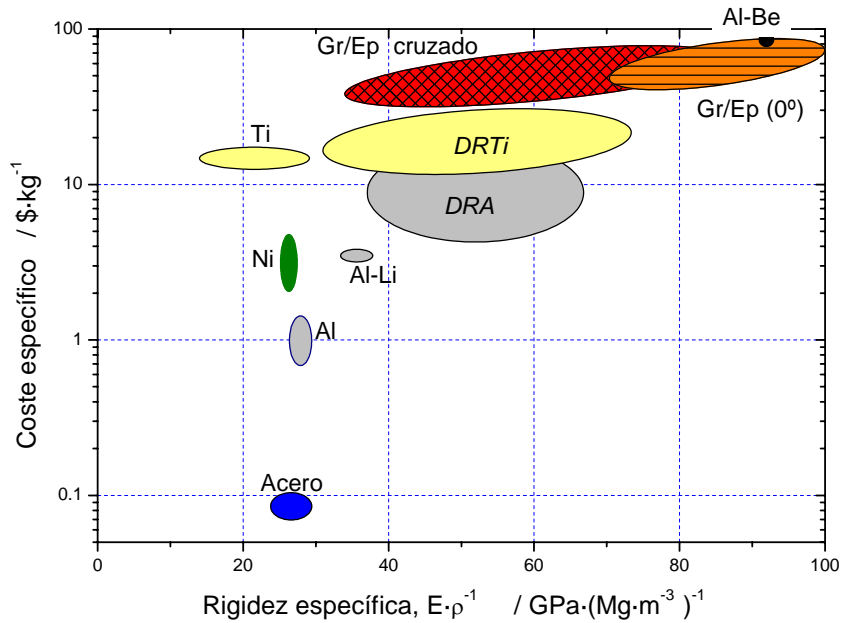


Fig. 2.5. Rigidez específica vs coste específico para distintos productos primarios (lingotes o barras para aleaciones metálicas y *prepreg* para materiales compuestos de matriz polimérica) [Mir01].

La designación de los materiales compuestos de matriz de aluminio ha sido normalizada mediante la norma ANSI H35.5 por American Aluminum Association. Esta denominación tiene en cuenta los constituyentes que lo integran, forma y proporciones (Fig. 2.6).

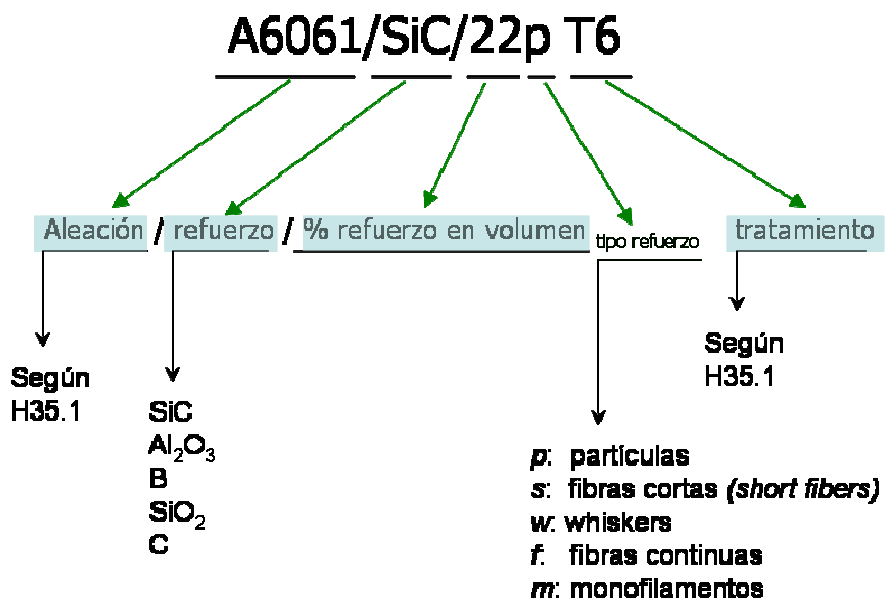


Fig. 2.6. Designación de los materiales compuestos de matriz de aluminio, según H35.5.

Los materiales compuestos de matriz de aluminio, AMC (*aluminium matrix composites*), han sido ampliamente estudiados desde la segunda década del siglo 20, siendo utilizados hoy en día en aplicaciones muy diversas.

En la década de los 80 las industrias del transporte iniciaron el desarrollo de los refuerzos discontinuos en los AMC. Este tipo de refuerzos se mostraron atractivos por sus propiedades isotrópicas y su bajo coste, siendo hoy día los más utilizados.

Entre las múltiples aplicaciones de estos materiales se pueden citar la fabricación de componentes en las industrias aeroespaciales [Rap99] [MHu99], automoción [LSe99] [ASM01], la industria electrónica [WZC04], artículos deportivos [Sur03] o la industria del ocio [Mir01]. Un estudio reciente indica que el crecimiento del mercado de los materiales compuestos de matriz metálica fue del 14,1 % en el periodo 1999-2004, llegando a los 179 millones de dólares al final de este período [BCC05]. Este mismo estudio proyecta una previsión de crecimiento del 6,3% hasta el año 2010, para llegar a los 4,9 millones de kg.

Inicialmente competían con el acero, substituyendo a este material en muchas aplicaciones; actualmente compiten también con materiales como el titanio. Algunos de estos ejemplos se muestran en las Figs. 2.7 y 2.8, siendo en parte representativos de su versatilidad de aplicaciones.

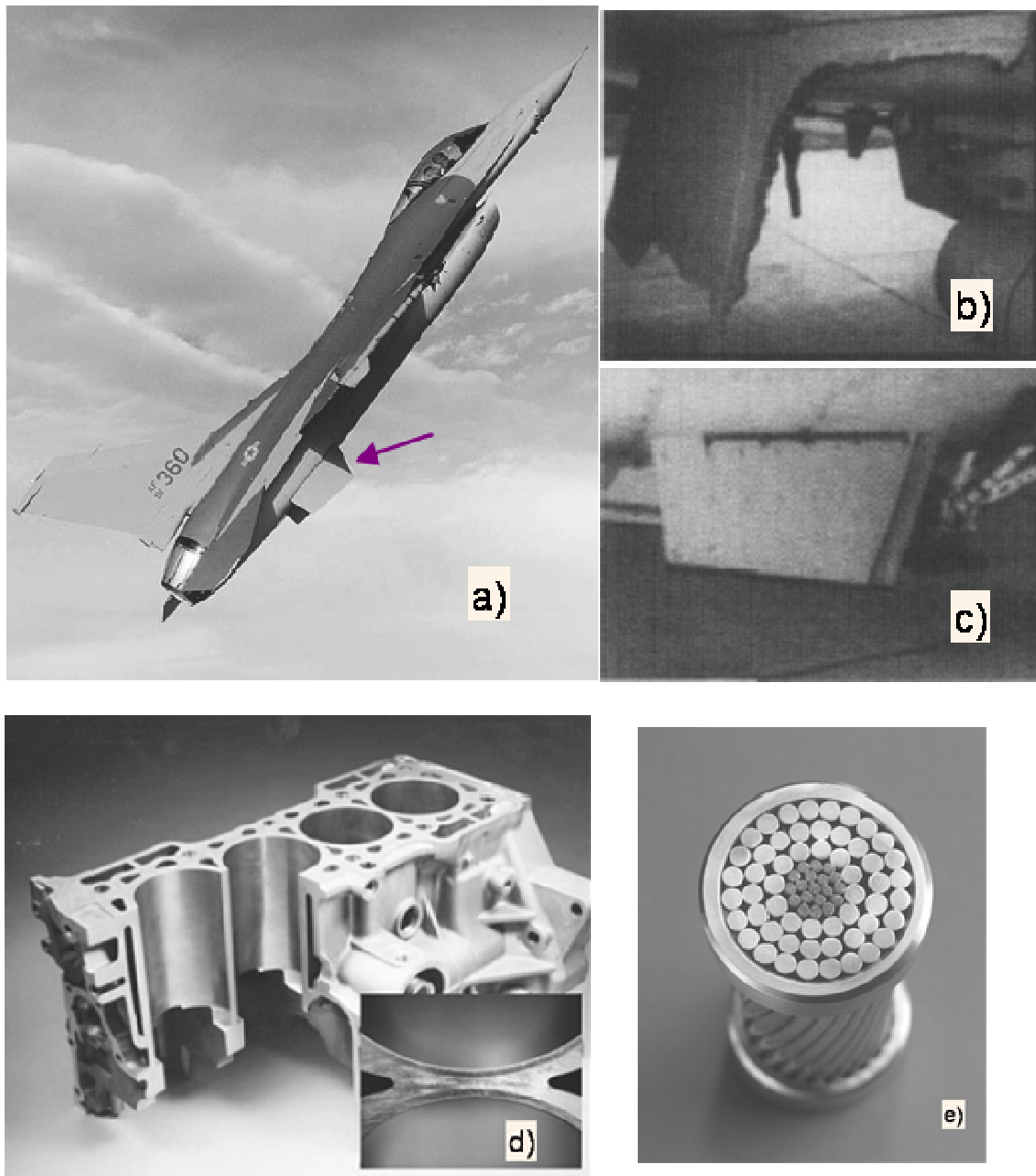


Fig. 2.7. Algunas aplicaciones industriales de materiales compuestos de matriz de aluminio (I): a) Avión de combate F-16, b) aleta ventral estabilizadora original desgastada, fabricada en aleación A2024, c) aleta modificada construida con 6091/SiC/17,5p, d) Sección del bloque motor del Honda Prelude 2000 cc fabricado en fundición de aluminio, con camisa de pistones fabricadas de forma integral en AMC y sección transversal de estas camisa, en producción desde 1990, y e) Sección transversal de un conductor eléctrico para la transmisión de energía eléctrica fabricado por 3M. El núcleo consiste en 19 cables de aluminio reforzado con fibras de Al_2O_3 , y soporta la carga propia más la de 54 cables de aluminio que lo envuelven, colaborando en el transporte de una cantidad significativa de corriente eléctrica.

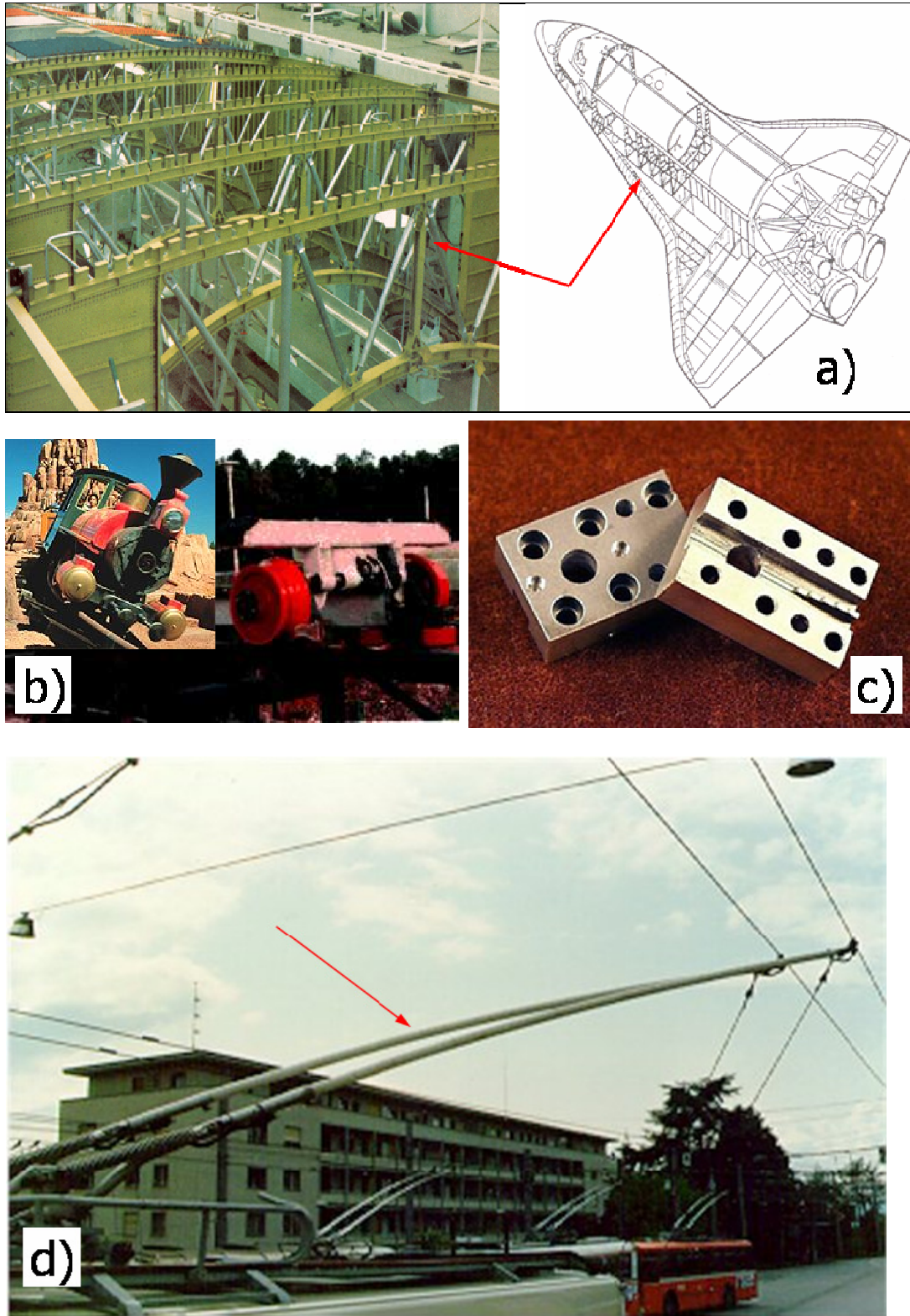


Fig. 2.8. Algunas aplicaciones industriales de materiales compuestos de matriz de aluminio (II): a) Puntales tubulares del fuselaje medio del trasbordador espacial (6061/B/50f), b) Componentes del sistema de frenado de la montaña rusa *Tren Minero* de Walt Disney (6092/SiC/17,5p), c) Guía ondas de un sistema de microondas (Al/SiCp) y, d) Pértiga de tranvía de aluminio/fibra de vidrio.

2.3. PROCESOS DE FABRICACIÓN DE AMC

La selección del proceso de fabricación es un factor fundamental en cualquier tipo de materiales. En el caso de los materiales compuestos se obtienen grandes diferencia en propiedades y en costes según las diferentes técnicas de procesamiento, no únicamente de los componentes finales, sino también de los propios refuerzos.

Los procesos de obtención de componentes con materiales compuestos MMC se pueden clasificar, según la temperatura de la matriz metálica, en cinco grandes grupos:

1. Métodos de fabricación en estado líquido.
2. Métodos de fabricación en estado sólido.
3. Métodos de fabricación en estado semisólido
4. Procesos de deposición
5. Procesos de fabricación in situ.

De todos estos procesos, los más utilizados industrialmente son los dos primeros, mediante las técnicas de moldeo y de pulvimetalurgia y forja [Var02].

2.3.1. Métodos de fabricación en estado líquido

En los procesos en estado líquido, las partículas cerámicas se pueden incorporar a la matriz metálica fundida mediante diferentes técnicas. También se puede proceder a la mezcla de ambos constituyentes y su colada posterior en los moldes correspondientes para la obtención de componentes finales.

Estos métodos se utilizan igualmente para la fabricación de barras que serán el producto inicial de otros procesos (Fig. 2.9).

La necesidad de producir componentes a precios competitivos en relación a otros materiales, como el acero, ha llevado inicialmente a la aplicación de las técnicas convencionales de moldeo para los AMC

[GCG97]. Con ello se ha conseguido que sean atractivos desde el punto de vista económico [Har98].

La presencia de defectos como la porosidad, típicos de estos procesos, supone, no obstante, un freno a su desarrollo [Ast98]. Otros problemas asociados a estos métodos serían el incremento de la viscosidad del material y la reactividad matriz-refuerzo [Kev97].

La porosidad puede reducirse considerablemente mediante la aplicación del vacío así como reduciendo las turbulencias en la etapa de mezclado y un correcto diseño del sistema de llenado [SMN93]. La reducción de la viscosidad supone una disminución de la colabilidad, siendo mayor esta mengua al incrementar el contenido del refuerzo, al disminuir el tamaño de las partículas del mismo o en el caso de producirse una reacción entre estas partículas y la matriz [Llo94].

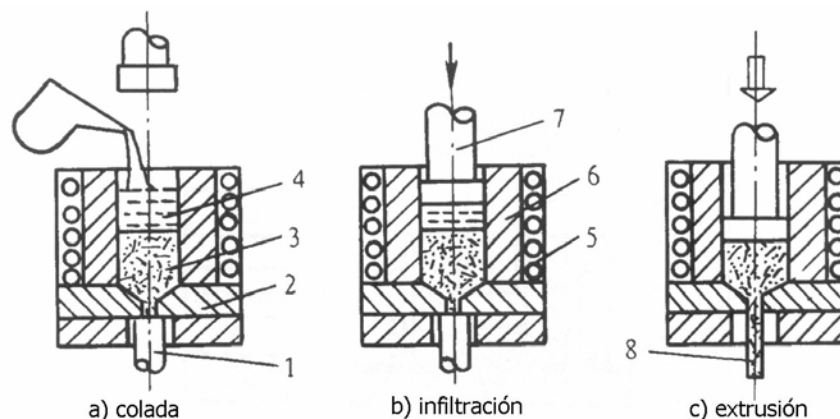


Fig. 2.9. Diagrama esquemático de la producción de materiales compuestos mediante moldeo, infiltración y extrusión [LSW95].

Una incorrecta selección de los parámetros del proceso puede originar una reacción indeseada entre el material cerámico de refuerzo y la matriz metálica.

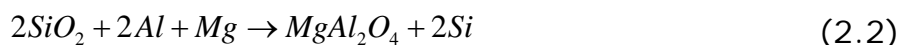
En el caso de los materiales compuestos de matriz de aluminio reforzados con SiC, las reacciones podrían llevar a la formación de compuestos del tipo Al_4C_3 , compuestos que debilitarían la unión entre los diferentes constituyentes, degradando el comportamiento del material compuesto, y disminuyendo la fluidez del caldo. La formación de este compuesto respondería a la reacción [COO97] [LAS00]:



El carácter hidrofílico de este compuesto provoca igualmente una disminución de la resistencia a la corrosión de los materiales compuestos en los que se haya producido esta reacción.

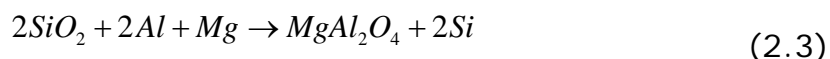
Esta reacción podría tener lugar de manera lenta a partir de los 580°C [LAS00], acelerándose al llegar a los 800°C [YKa05]. Temperaturas superiores a los 600 °C favorecerían igualmente la aparición conjunta de otros productos como el Al_4SiC_3 o el Al_8SiC_7 [EII04]. El incremento del contenido de Si en las aleaciones incrementa la temperatura a la que se producen estas reacciones [SSa95], minimizando en consecuencia el riesgo de que tengan lugar las mismas. La presencia de impurezas de Fe tiene el efecto contrario [UGG99].

En el caso de aleaciones de aluminio conteniendo magnesio, y reforzadas con SiO_2 , las reacciones pasarían por la formación de espinelas:



Esta misma reacción se podría producir en aleaciones reforzadas con SiC, como consecuencia de la oxidación de esta cerámica, con la formación de una película de SiO_2 en su superficie, y la reacción posterior de este óxido con la matriz de aluminio [LAS01].

La formación de espinelas se produciría igualmente en materiales compuestos reforzados con Al_2O_3 [FBR03]:



Otro problema en estos procesos es la sedimentación de las partículas de refuerzo de SiC y de Al_2O_3 [SSa95b], debido a su mayor densidad (Tabla 2.1). Este fenómeno puede originar diferencias graves en la proporción del refuerzo a medida que

transcurre el tiempo de residencia en los crisoles o, incluso, en diferentes partes del mismo componente, por lo que hay que proceder a la agitación continua del material en estado líquido.

En el caso del refuerzo con SiC se añade otro inconveniente, como es la escasa mojabilidad de estas partículas en las aleaciones fundidas de aluminio [HLH99]. Este fenómeno dificulta la homogeneización de los componentes o semi-productos obtenidos, con una tendencia a la aglomeración de las partículas de refuerzo, lo que produce componentes con una cierta variabilidad en las propiedades, así como un debilitamiento de la interfase matriz-refuerzo [MTD00].

La mejora de la mojabilidad se consigue a través de diferentes tratamientos, que actuarían disminuyendo la tensión superficial de la aleación líquida, incrementando la energía superficial del sólido o disminuyendo la energía de interfase sólido-líquido. Estos tratamientos incluyen [HLH01b]:

1. La adición de elementos de aleación, como Mg, Ca, Ti o Zr a la matriz de aluminio.
2. El tratamiento superficial de las partículas, como podría ser la oxidación a 900 °C en el caso del SiC o su incorporación pre-calentadas al caldo líquido.
3. Recubrimiento de las partículas de refuerzo con metales que tengan buena mojabilidad, como el Cu o el Ni. Estos recubrimientos se realizan con técnicas como la cementación, el CVD o el PVD, entre otras.
4. Tratamientos mecánicos, como vibraciones con ultrasonidos o la agitación mecánica convencional del caldo.

Tanto la oxidación previa de las partículas de SiC como la aplicación de recubrimientos minimizan igualmente el riesgo de reacción entre el refuerzo y la matriz de aluminio [SLH03].

Estos inconvenientes de falta de adhesión matriz-partículas será un factor a tener en cuenta en el procesamiento posterior de componentes que tienen productos de moldeo como materia prima.

Las reacciones matriz-refuerzo igualmente pueden producirse en cualquier proceso que alcance las temperaturas necesarias para ello, por lo que no se pueden considerar como defectos intrínsecos a los procesos en fase líquida.

El moldeo mediante la técnica de la fundición centrífuga permite también la obtención de componentes con un gradiente funcional [RWK02], con una zona exterior rica en partículas segregadas, con una mayor resistencia al desgaste, y una región interior con una mayor ductilidad y tenacidad.

Una variante de estas tecnologías sería la infiltración de preformas cerámicas, que consiguen una reproductibilidad en las propiedades que los procesos tradicionales no consiguen [DGG00]. Uno de los mayores inconvenientes de esta técnica es la falta de llenado de las preformas cerámicas, que se mejora infiltrando con una sobrepresión [KSJ03], o infiltrando al vacío [SAC03].

La posibilidad de aplicar insertos selectivos es otra de las ventajas de la utilización de preformas cerámicas infiltradas. Técnicas de fundición como el squeeze casting, o colada a compresión (Fig. 2.10), son ampliamente utilizadas para producir esta infiltración [Sah03].

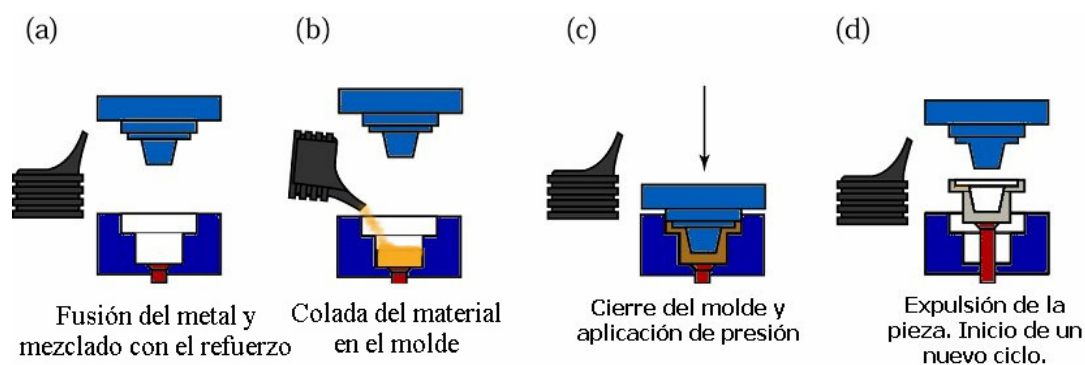


Fig. 2.10. Diagrama esquemático del moldeo mediante *squeeze casting*.

La aplicación de técnicas de infiltración permite asimismo la obtención de cables de fibra continua mediante la extensión de las fibras

cerámicas y su inmersión en aluminio fundido (Fig. 2.11). Posteriormente estas fibras se hacen pasar a través de una boquilla para conseguir la forma final [BNK01].

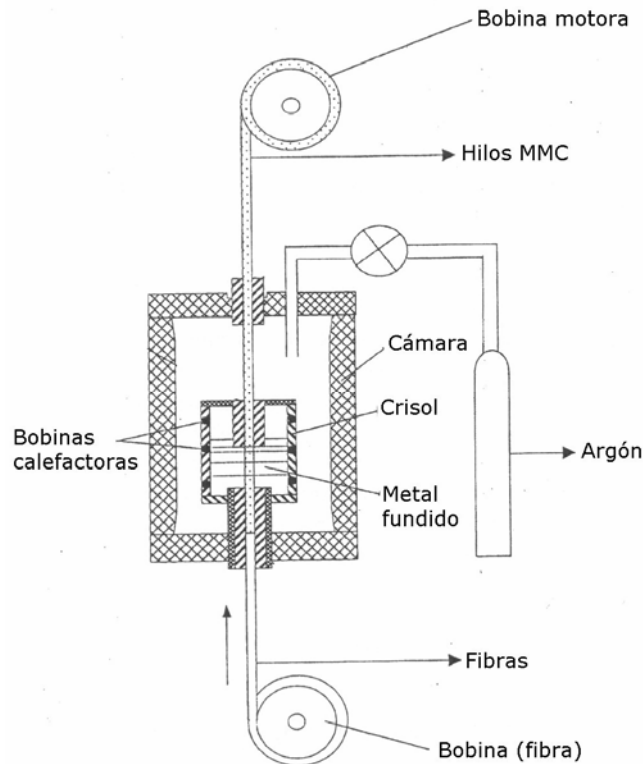


Fig. 2.11. Diagrama esquemático de una unidad de infiltración continua a presión [BNK01].

En esta categoría cabría considerar igualmente los componentes conformados mediante materiales compuestos espumados. Estos materiales alveolares (Fig. 2.12) son capaces de absorber una energía de impacto mucho mayor que los materiales macizos, y con una densidad muy inferior, con lo que su campo de aplicaciones es muy prometedor.

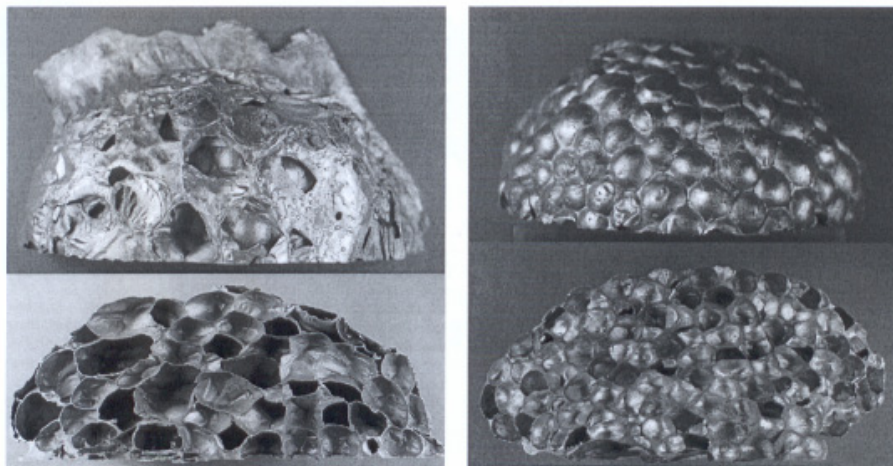


Fig. 2.12. Espumas del material AlSi10/SiC/10p [BLD03].

2.3.2. Métodos de fabricación en estado sólido

Los procesos en estado sólido implican la fabricación de materiales compuestos reforzados con partículas a partir de polvos mezclados (ruta de pulvimetalurgia) o de productos moldeados.

La ruta de pulvimetalurgia y forja posterior (Fig. 2.13) es la que produce los componentes con mejores características mecánicas [GSD99], al obtener productos libres de defectos, y sin los efectos de las reacciones matriz-refuerzo descritos anteriormente [TCV03], al trabajar a temperaturas relativamente bajas. Asimismo, la obtención de la materia prima mediante procesos de aleación mecánica proporciona un material de gran homogeneidad y sin reacciones en la interfase [NTH97].

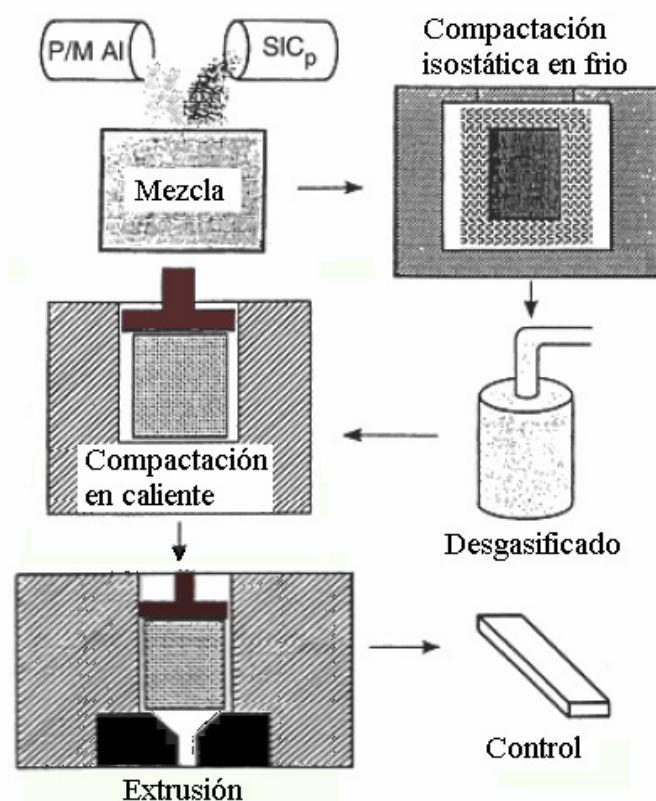


Fig. 2.13. Representación esquemática de la ruta de pulvimetalurgia para la fabricación de materiales compuestos [ASM01].

Los componentes así producidos son susceptibles de mejora de propiedades con tratamientos térmicos totales, obteniéndose productos a unos costes que son altamente competitivos en muchas aplicaciones [CWS02].

2.3.3. Métodos de fabricación en estado semisólido

Estos procesos implican la mezcla de la cerámica de refuerzo y de la aleación metálica en una región bifásica sólido-líquido del diagrama de fases de la matriz. Comprenden las tecnologías de conformación en estado semisólido (compocasting, rheocasting).

El avance en los últimos años de estos procesos permite asimismo contemplar estas tecnologías como candidatas para la obtención de componentes MMC, fundamentalmente combinando el proceso SSM con la infiltración de preformas o los insertos selectivos [SSL95].

Las temperaturas de trabajo se sitúan en la región α -líquido (Fig. 2.14), siendo las aleaciones de aluminio más utilizadas las de la serie 3xx (aleaciones Al-Si-Mg).

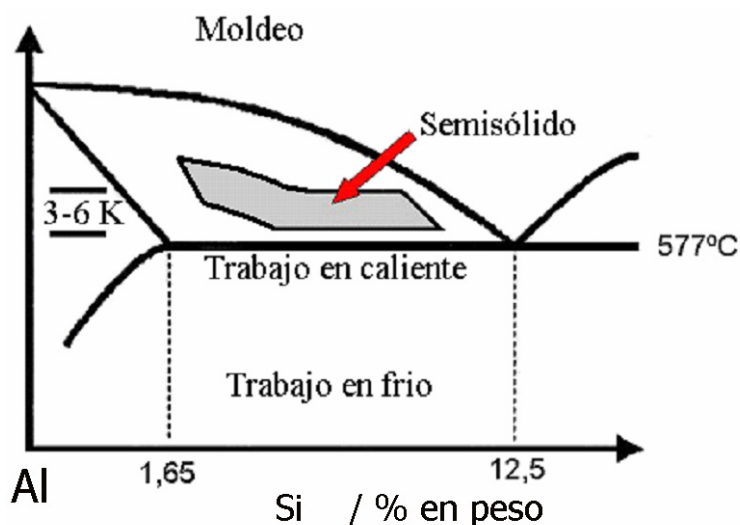


Fig. 2.14. Intervalo de temperaturas de trabajo para los procesos en estado semisólido.

2.3.4. Procesos de deposición

Los procesos de deposición incluyen una gran variedad de técnicas. En general, gotas del metal fundido son proyectadas conjuntamente con las partículas de refuerzo hacia un sustrato, donde se completa la solidificación.

Los componentes así obtenidos ofrecen una distribución heterogénea de partículas cerámicas, aunque mucho más homogéneos que las técnicas de fundición, siendo el coste superior. Otro inconveniente es la porosidad, que se sitúa en valores de entre el 5% y el 10% [Sur03], lo que justifica la densificación posterior de los componentes mediante procesos de conformado en estado sólido (forja).

Algunas técnicas de deposición serían el plaquado por inmersión, electroplaquado, deposición por pulverización, CVD, PVD, codeposición de materiales multifásicos o el proceso Osprey [SSL95].

El proceso Osprey, también conocido como fabricación por plasma, consiste en la mezcla de las partículas de refuerzo con el metal fundido y atomizado mediante chorros de gas inerte (Fig. 2.15). Esta mezcla atomizada es proyectada sobre un sustrato, ya sea un disco giratorio (B), una cinta (C) o un cilindro (D).

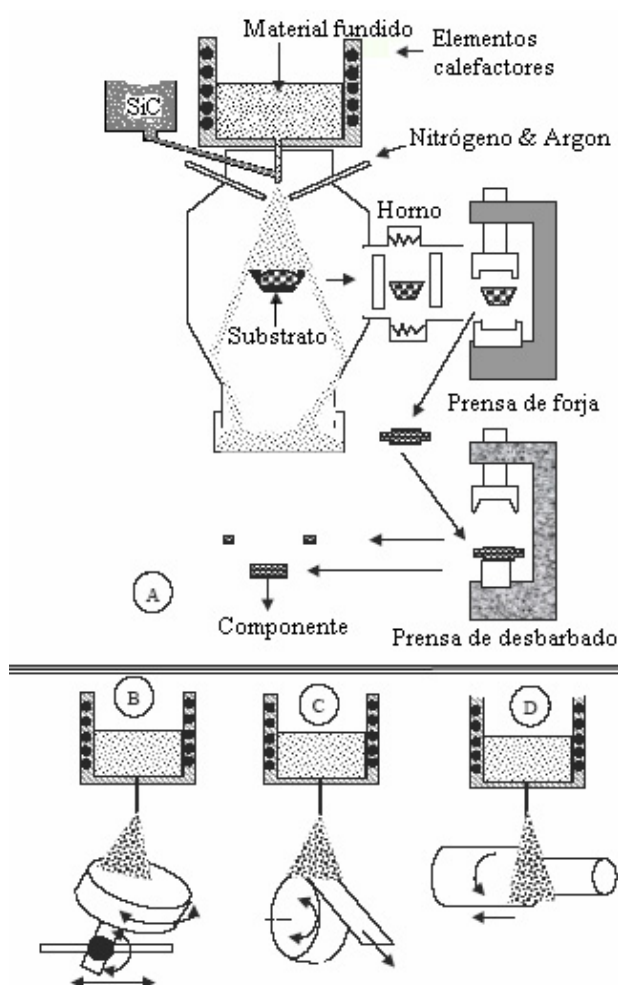


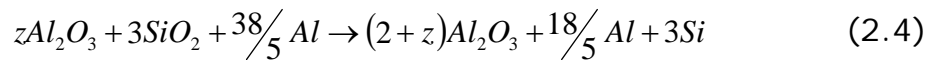
Fig. 2.15. Representación esquemática del proceso Osprey®.

2.3.5. Procesos de fabricación *in situ*

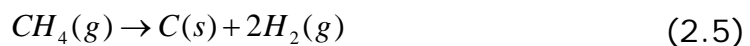
En los procesos de fabricación *in situ* (procesos reactivos) la fase de refuerzo se fabrica en el momento y el material compuesto se produce en un único paso como consecuencia de una adecuada selección de la aleación inicial [Ros06].

Las partículas se obtienen en el solvente (que puede existir en los tres estados básicos de la materia) debido a reacciones químicas o a procesos difusivos [Ere97]. Existen diferentes procesos que se pueden incluir en esta categoría, como sistemas líquido-gas, líquido-sólido, líquido-líquido o gas-líquido-sólido [TMa00].

De entre las numerosas técnicas posibles, la obtención de AMC reforzados con alúmina puede realizarse de forma satisfactoria con la penetración de la aleación fundida de aluminio en preformas de silicatos de aluminio ($\text{SiO}_2:\text{Al}_2\text{O}_3$), según la reacción [FEE00]:



La formación in-situ del SiC puede realizarse a partir de una mezcla $\text{CH}_4 + \text{Ar}$, como precursor, y aleaciones Al-Si [ZWR03]. Las reacciones serían:



Durante el proceso de formación del SiC, el C disociado puede reaccionar también con el aluminio fundido para formar la fase no deseable Al_4C_3 :



Esta última reacción puede ser inhibida con concentraciones elevadas de Si en la aleación fundida [COO97] [LLS00], así como disminuyendo la temperatura del caldo (Fig. 2.16).

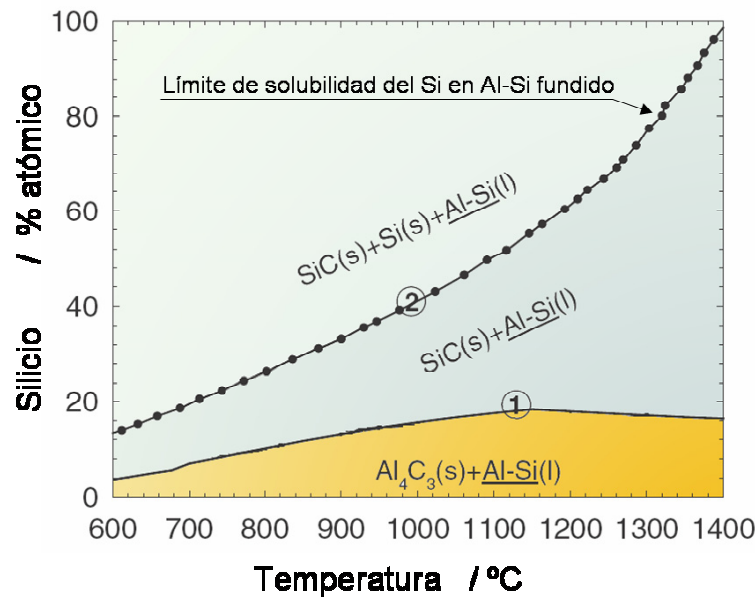


Fig. 2.16. Condiciones para la formación preferencial de SiC en las aleaciones Al-Si en estado líquido [ZWR03].

2.3.6. Procesos de mecanizado, de unión y de reciclado

Además de estos procesos primarios y de forma, hay que considerar otros, como sería el mecanizado de los componentes anteriormente obtenidos, los procesos de unión o los procesos de mejora de propiedades (Fig. 2.17). Actualmente, y teniendo en cuenta los conceptos de validación del ciclo de vida, también habría que considerar los procesos de reciclado.

El mecanizado supone siempre en general una etapa que encarece considerable los costes de transformación de los componentes, mayor cuanto menor sea la maquinabilidad del material con el que se hayan obtenidos aquellos.

En el caso de los AMC, las partículas de refuerzo son muy abrasivas, produciendo un desgaste considerable de las herramientas [BPH99] [YZe00], por lo que su maquinabilidad es muy pequeña. El mecanizado de estos materiales requiere la utilización de plaquetas de nitruro de boro cúbico (NBC) o de diamante policristalino (PCD) [Hun00], así como modificar los parámetros de proceso, utilizando avances pequeños [JRR01] [TMu04].

La maquinabilidad de estos materiales también está influenciada por el tamaño y distribución de las partículas de refuerzo, y no únicamente por su naturaleza [BPH99]. El mecanizado de materiales compuestos con fibra continua presenta otro inconveniente añadido, al cortar las herramientas las fibras largas, por lo que la obtención de productos calibrados es fundamental en estos casos.

Todos estos inconvenientes conllevan a la focalización en las denominadas técnicas de fabricación *net-shape* (componentes acabados) o *near-net-shape* (componentes de forma casi final).

La soldadura de estos materiales también plantea serias dificultades. La posibilidad de producir reacciones interfaciales en procesos de soldadura por fusión hace que los procesos más indicados sean los de soldadura por difusión [Esc97], siendo no obstante posibles la mayoría de procesos de soldeo aplicados a las aleaciones de aluminio [Bar00].

La aplicación de técnicas como la soldadura por fricción turbulenta (*friction stir welding*) ha posibilitado la obtención de uniones soldadas de gran calidad en los AMC [TSG06], pero con una deformación que puede provocar la rotura de las partículas de refuerzo, lo que justifica la aparición de otras tecnologías. Técnicas como la unión mediante fase líquida transitoria, con capas intermedias de cobre o de níquel [AWK98], son otra alternativa para las uniones de estos materiales compuestos.

El reciclado de los materiales compuestos de matriz de aluminio presenta las dificultades propias de estas aleaciones metálicas, a las que se añade la de separar las partículas de refuerzo de la matriz [NIK99].

El reciclado mediante refusión de componentes se presenta como una alternativa aceptable en este sentido, con los inconvenientes propios de la utilización de aleaciones de segunda fusión [LLL98], y no incrementándose con las refusiones la reactividad de las partículas con la matriz [FZS99].

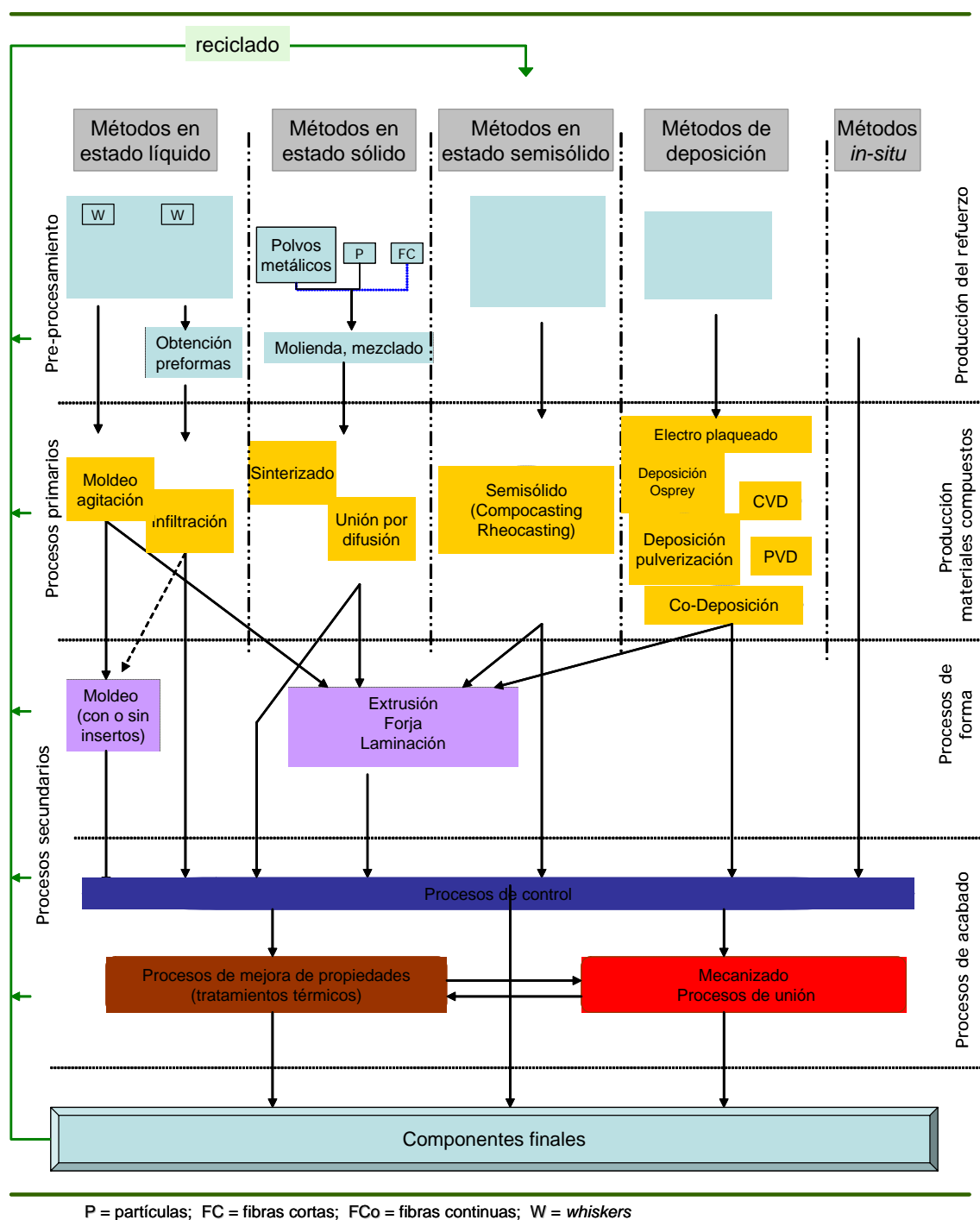


Fig. 2.17. Esquema de los procesos de fabricación de componentes AMC.

2.4. METALÚRGIA FÍSICA DE LOS AMC

Las aleaciones de aluminio de forja más utilizadas para la fabricación de materiales compuestos son las basadas en las familias Al-Cu-Mg (serie 2XXX), Al-Mg-Si (serie 6XXX) y, en menor grado, Al-Zn-Mg (serie 7XXX).

Las aleaciones Al-Cu-Mg ofrecen mayor tolerancia al daño con los tratamientos térmicos adecuados y conservan las propiedades mecánicas a mayores temperaturas. Las aleaciones Al-Mg-Si ofrecen mayor resistencia a la corrosión.

En el caso de las aleaciones de fundición, las más utilizadas para la fabricación de componentes AMC son aleaciones Al-Si, con Mg o con Cu (serie 3XX.X).

Todas estas familias de aleaciones son susceptibles de mejora de propiedades mediante la realización de tratamientos térmicos de endurecimiento por precipitación.

Este incremento de resistencia se consigue gracias a la formación, en el proceso de envejecimiento, de precipitados que mantienen una cierta coherencia con la matriz de aluminio, y es debido a la interacción de las dislocaciones con las fases coherentes o semicoherentes precipitadas en la etapa de envejecimiento de dichos tratamientos.

2.4.1. Aleaciones AlCuMg

La serie 2XXX la integran un conjunto de aleaciones tratables térmicamente, y se caracterizan por su gran resistencia mecánica, resistencia que conservan a temperaturas relativamente elevadas, pero con escasa resistencia a la corrosión. En ellas el Cu es el principal elemento de aleación, elemento que forma, con el aluminio, la fase θ -Al₂Cu. La solubilidad máxima del Cu en el aluminio en estado sólido es del 5,7% en peso, a la temperatura de 548 °C, temperatura a la que tiene lugar una reacción eutéctica (Fig. 2.18).

El Mg en estas aleaciones forma la fase de equilibrio $S-Al_2CuMg$, incrementando la resistencia mecánica tras el tratamiento térmico. Mediante envejecimiento artificial se consigue un incremento tanto del límite elástico como de la resistencia a la tracción, disminuyendo la ductilidad, mientras que el tratamiento de envejecimiento natural mantiene una buena ductilidad, incrementándose en menor grado la resistencia [Hat93].

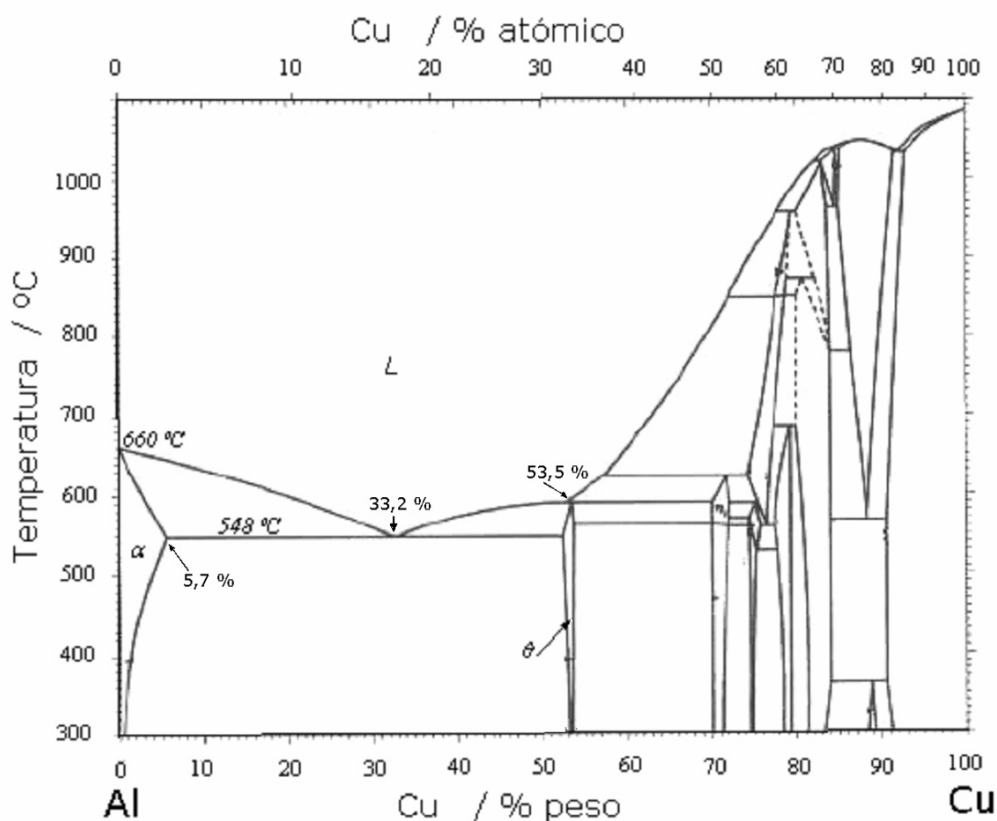


Fig. 2.18. Diagrama de fases Al-Cu [ASM92].

El Fe disminuye las características mecánicas de estas aleaciones al formar el compuesto intermetálico Al_7Cu_2Fe , reduciendo la cantidad de Cu disponible para la mejora de propiedades mediante tratamiento térmico, por lo que se considera un elemento indeseable en estas aleaciones [DLa00].

El Si neutraliza este efecto del Fe, al formar el compuesto $\alpha\text{-FeSi}$, pero también se combina con el Mg para formar la fase Mg_2Si , incrementando la resistencia de la aleación en menor grado que el endurecimiento proporcionado por la fase Al_2CuMg .

El Mn incrementa ligeramente la resistencia mecánica mediante el mecanismo de endurecimiento por solución sólida, disminuyendo considerablemente la ductilidad. La formación de fases del tipo $\text{Al}_{20}\text{Mn}_3\text{Cu}_2$, aunque estabilizan el grano, se consideran indeseables por el motivo anteriormente expuesto de disminución de la cantidad de Cu disponible. Con el Fe pueden formar también compuestos del tipo $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$, fases que, a pesar de estabilizar el grano [Pol95], disminuyen la tenacidad a fractura de estas aleaciones y favorecen la nucleación de grietas de fatiga. Este efecto negativo no está tan claro en la resistencia a la fatiga, dado que ralentiza la propagación de grietas por fatiga [NEt00].

Otras reacciones posibles serían la precipitación de las fases Q- $\text{Cu}_3\text{Mg}_6\text{Al}_7$, T- $(\text{Cu}_{1-x}\text{Al}_x)_{49}\text{Mg}_{32}$ o la fase $\beta\text{-Cu}_3\text{Al}$ (Fig. 2.19).

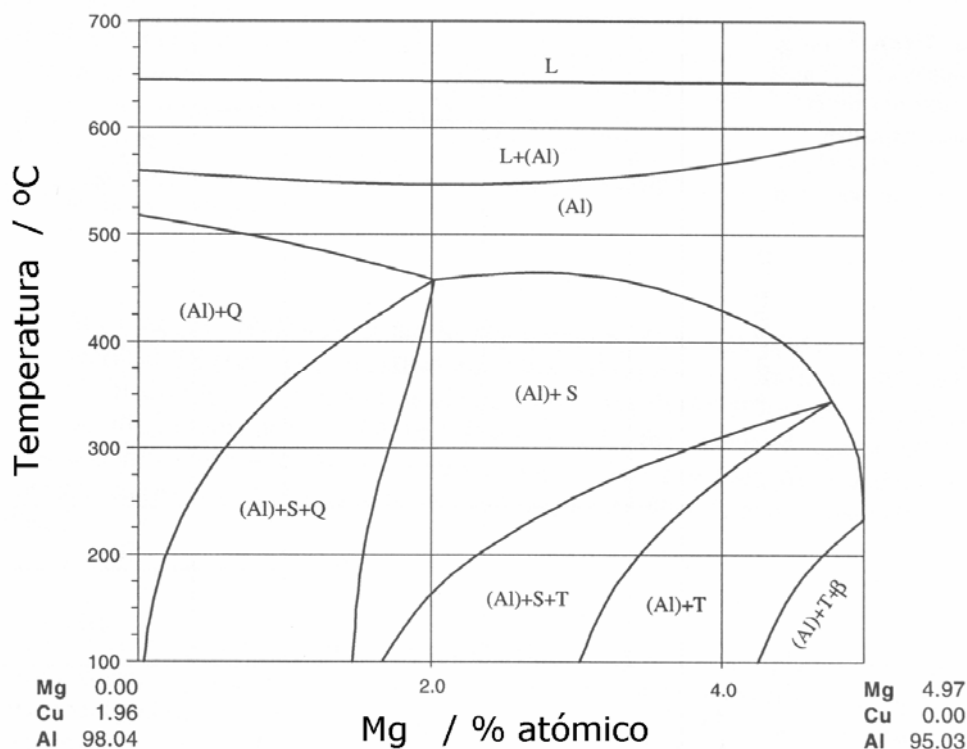
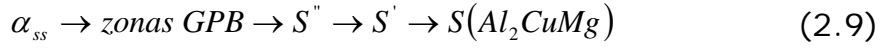
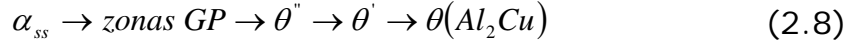


Fig. 2.19. Sistema Al-Cu-Mg: Isópleta para un 95,5 % en peso de Al, donde Al es la solución sólida α [EII04].

La secuencia de precipitación en los tratamientos térmicos de envejecimiento no es única, dado que, a partir de la solución sólida sobresaturada α_{ss} , pueden formarse tanto, la fase S-Al₂CuMg [DKK98], como la fase θ -Al₂Cu [AMM01]:



donde:

- **Zonas GP:** son las zonas de Guinier-Preston, agrupamientos de átomos de Al y de Cu y primer producto de la descomposición de la solución sólida sobresaturada α_{ss} .
- **Zonas GPB:** son las zonas de Guinier-Preston-Bagaryatsky, agrupamientos de átomos de Al, Cu y Mg.
- θ'' : fase metaestable coherente con la matriz, también denominada GP2.
- θ' : fase metaestable semicoherente, de estructura tetragonal.
- θ : fase estable, incoherente con la matriz, de estructura tetragonal centrada.
- S'' : fase metaestable coherente con la matriz.
- S' : fase metaestable semicoherente con la matriz, de estructura ortorrómbica.
- S : fase estable, incoherente con la matriz, de estructura ortorrómbica.

Los procesos de precipitación que conducen a la obtención de las fases **S** y θ pueden ser simultáneos. La ocurrencia de una secuencia u otra depende de varios parámetros [Smi98a] [Cay00]. Algunos autores lo justifican por la existencia de una deformación previa al tratamiento [RRH99], o por la reducción de la energía libre de interfase que se detecta en la fase **S** con respecto a la fase θ [Smi98b]. La adición de otros elementos, como la Ag [DLa00] o el Mn [WFL99], favorecería la secuencia de formación de zonas GPB.

Las temperaturas a las que se producen la redisolución y la precipitación de las diferentes fases dependen también de la composición de la aleación (Fig. 2.20).

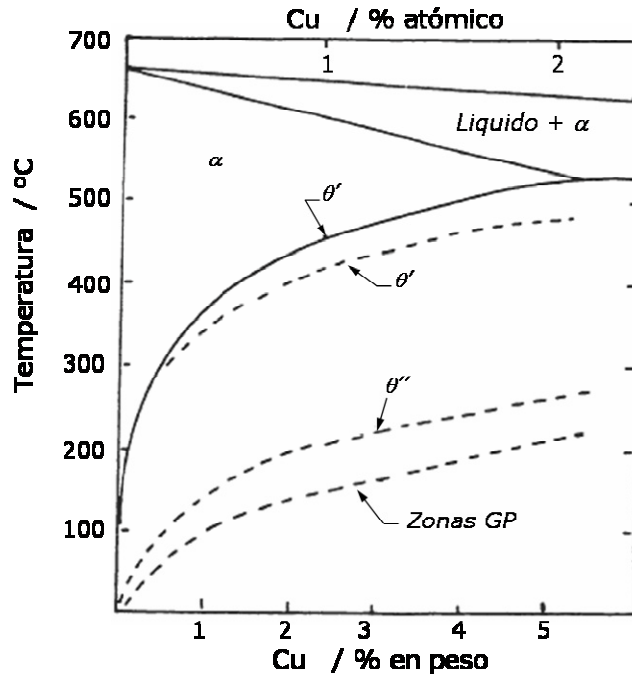


Fig. 2.20. Diagrama de fases Al-Cu en la zona rica en Al [PEa92].

La cinética de la precipitación de las fases de equilibrio (precipitados de transición, zonas GP y/o zonas GPB) adopta la configuración de una gráfica C, como resultado de la consideración de dos formas de control de la nucleación (Figs. 2.21 y 2.22).

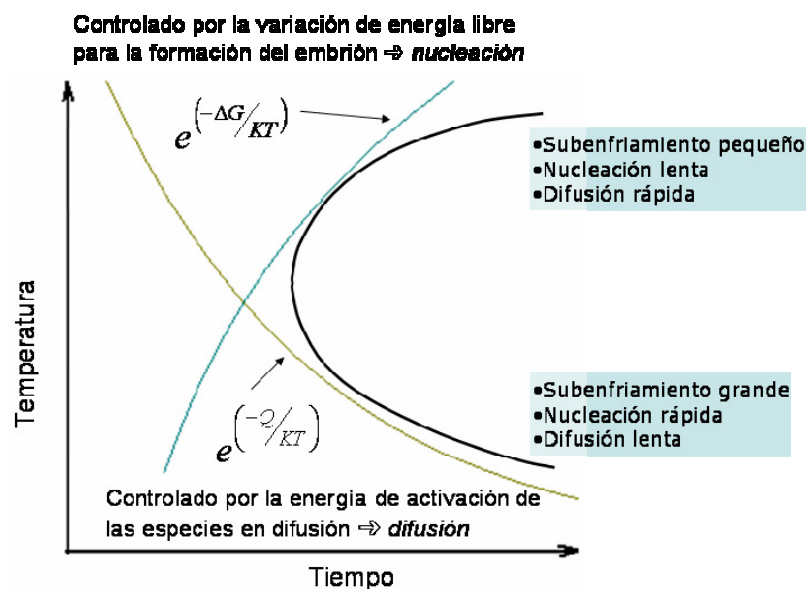


Fig. 2.21. Esquema justificativo de la forma de la gráfica C [STi01].

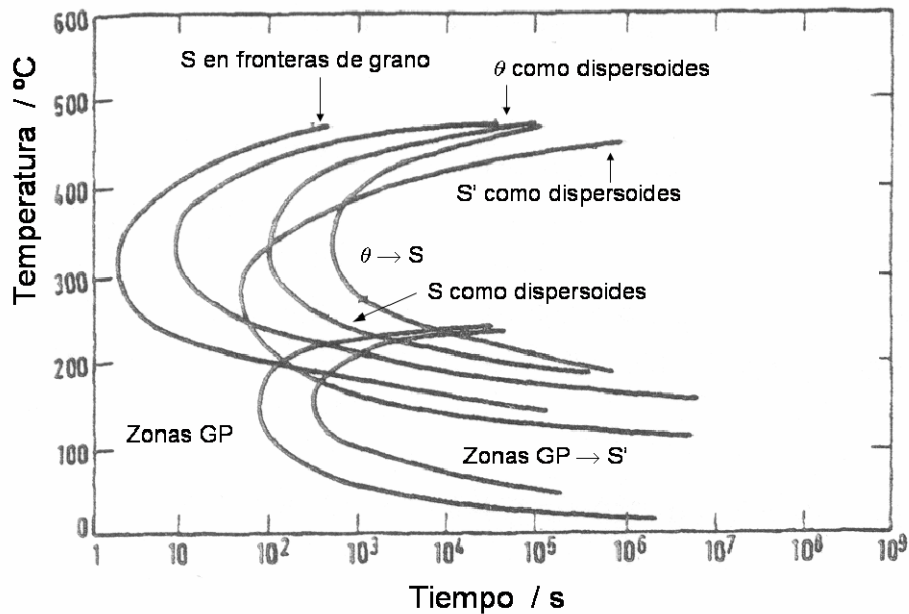


Fig. 2.22. Diagrama Tiempo-Temperatura-Transformación para la aleación 2024 [STi01].

A temperaturas inferiores a la óptima, la precipitación viene controlada por la difusión, más lenta cuanto más baja sea la temperatura, y para temperaturas más elevadas la velocidad de difusión es más rápida y el proceso viene controlado por la nucleación, con una velocidad de nucleación más baja cuanto mayor sea la temperatura debido al poco o nulo subenfriamiento [STi01].

Dada la influencia de la temperatura en la precipitación de las diferentes fases, el envejecimiento a diferentes temperaturas produce máximos de resistencia distintos (Fig. 2.23).

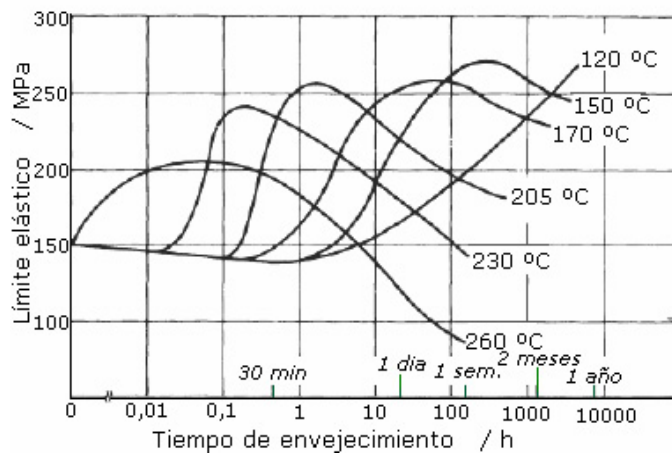


Fig. 2.23. Curvas de envejecimiento de la aleación 2024 [ASM91].

La forma de estas gráficas responde al distinto efecto endurecedor de los diferentes precipitados que se producen en las etapas del tratamiento térmico de envejecimiento (Fig. 2.24).

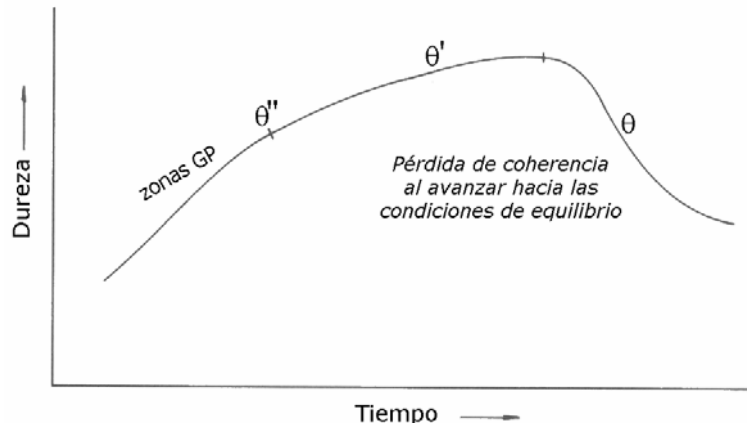


Fig. 2.24. Variación de la dureza con el tiempo de envejecimiento para las aleaciones Al-Cu y secuencia de precipitación [SMN93].

2.4.2. Aleaciones AlSiMg

Las aleaciones de la serie 3XX están constituidas por los sistemas Al-Si-Mg o Al-Si-Cu. Tienen el Si como principal elemento de aleación, elemento que favorece la colabilidad del aluminio y mejora al mismo tiempo la resistencia a la oxidación y al desgaste.

El Al y el Si forman una reacción invariante eutéctica a 577 °C, de morfología irregular (figura 2.25).

El Mg mejora la resistencia a la corrosión de las aleaciones de aluminio, pero su papel principal en ellas es la posibilidad de mejora de propiedades por tratamiento térmico.

Junto con el Si, y para contenidos de Mg superiores al 0,2% en peso, forma la fase Mg_2Si facilitando la formación de un sistema pseudo-binario Al- Mg_2Si para una relación Mg:Si de 1,73:1 en tanto por ciento en peso [Pol95], y formando un eutéctico a 595 °C (figura 2.26).

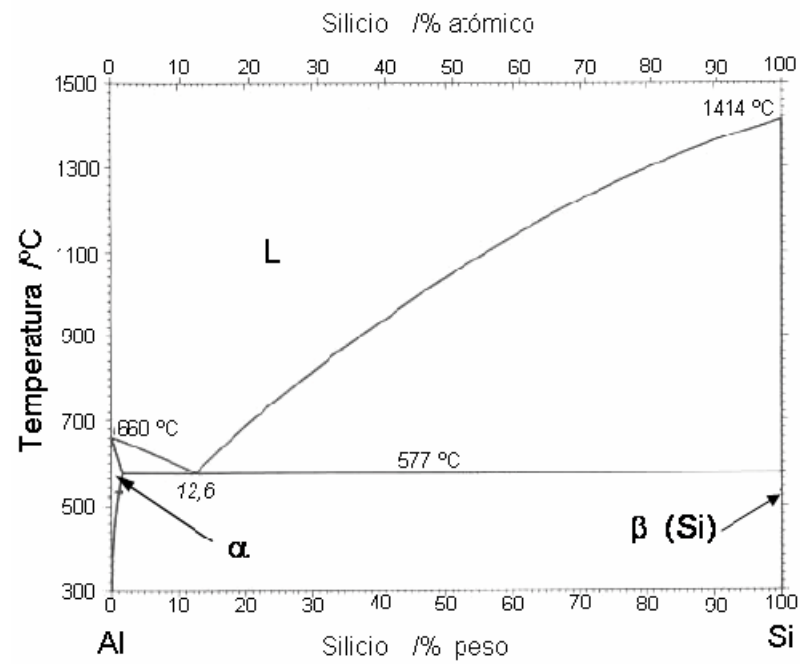


Fig. 2.25. Diagrama de fases Al-Si [ASM92].

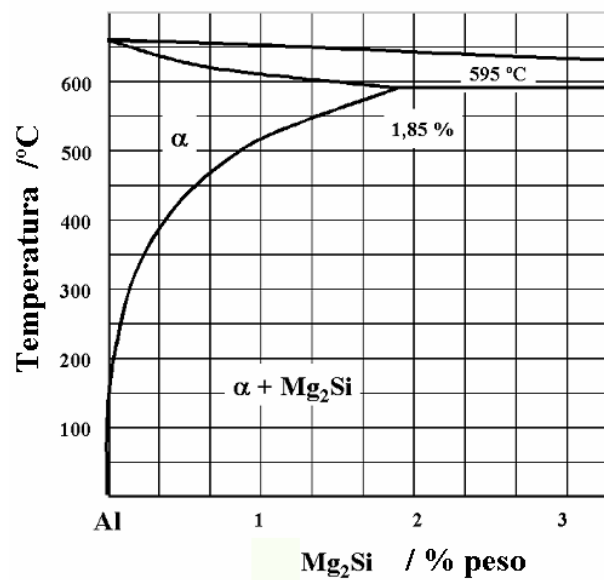


Fig. 2.26. Diagrama de fases Al-Mg₂Si [Hat93] .

El resto de elementos, si bien en esta serie tienen que considerarse como impurezas, también ejercen su influencia en las propiedades finales.

El Fe incrementa la colabilidad y, junto con el Al y el Si, puede formar distintos compuestos ternarios [LSS03a], [BOD03], [CCa03], [FBK04], [SMH00], [VRS97], entre ellos la fase acicular β -AlFeSi, que fragiliza el material; también es posible la formación de fases cuaternarias Al(Fe,Si)Mg, de estructura compleja (*escritura china*) [BOD03], [SOS98].

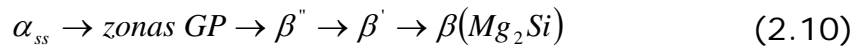
El Cu podría formar la fase Al_2Cu , que, en cantidades importantes, posibilitaría la realización de tratamientos para incrementar la resistencia mecánica, pero disminuyendo al mismo tiempo la resistencia a la corrosión de estas aleaciones, fundamentalmente la corrosión bajo tensiones. También se ha descrito la posibilidad de precipitación de la fase Q-AlCuMgSi [CLa04], cuyas precursoras también son susceptibles de mejorar las propiedades de las aleaciones por tratamiento térmico.

El Mn incrementa la resistencia por solución sólida, pero disminuye la tenacidad por la formación de compuestos intermetálicos, sobre todo cuando éstos son de gran tamaño.

El Zn incrementa la resistencia mecánica, principalmente cuando está asociado al Mg, pero disminuye la tenacidad y la resistencia a la corrosión bajo tensiones. El Ti y el Zr actúan como afinadores de grano.

El Sr modifica la estructura del silicio eutéctico, favoreciendo la aparición del silicio fibroso en lugar del silicio acicular. Al mismo tiempo reduce el efecto del intermetálico acicular β -FeSiAl₅, presente en las estructuras de colada, promoviendo la aparición en su lugar de la fase α , de morfología nodular (*escritura china*), mejorando con todo ello las propiedades mecánicas [SOS98]. Como inconveniente está una tendencia al incremento de la porosidad [LSS03b].

La secuencia de precipitación en estas aleaciones, a partir de la solución sólida sobresaturada α_{ss} , es la siguiente [Pol95]:



donde:

- **Zonas GP:** son las zonas de Guinier-Preston, agrupamientos de átomos de Mg y de Si y primer producto de la descomposición de la solución sólida sobresaturada α_{ss} .
- β'' : fase metaestable coherente con la matriz, de estructura monoclinica.
- β' : fase metaestable semicoherente, de estructura hexagonal.
- β : fase estable, incoherente con la matriz, de estructura cúbica centrada en caras.

2.4.3. Materiales compuestos de matriz de aluminio.

La adición de partículas cerámicas a las aleaciones de aluminio modifica las características de envejecimiento de las aleaciones de aluminio. La diferencia en los coeficientes de dilatación térmica del aluminio y el SiC (Tabla 2.1) provoca un aumento de la densidad de dislocaciones al realizar el tratamiento de temple [SMN93].

Este incremento de la densidad de dislocaciones tiene como consecuencia favorecer la precipitación, causando un envejecimiento más rápido (Fig. 2.27) [BMV95], aunque en ocasiones se ha observado un retardo en el mismo [SGr97], sobre todo a bajas temperaturas.

También se ha detectado la inhibición de la precipitación de las zonas GPB en los materiales compuestos [SRa95], pudiendo llegar a su completa desaparición [KSL04].

La densidad de dislocaciones generadas en esta etapa de los tratamientos térmicos es función también del tamaño del refuerzo, de la fracción relativa del mismo y del salto térmico [MGR95].

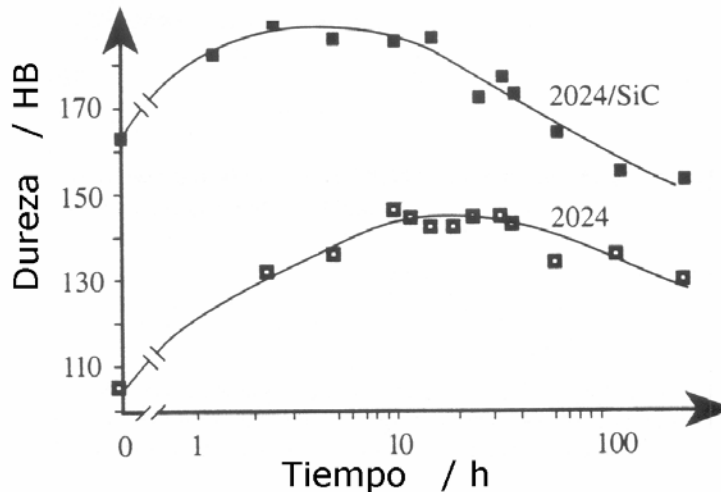


Fig. 2.27. Evolución con el tiempo de la dureza Brinell, a 190 °C, para la aleación 2024 y el material compuesto 2024/SiC [BMV95].

Los procesos que hay que considerar para explicar este comportamiento incluyen [SGr97] [Sur03]:

- Incremento de la nucleación de precipitados debido al incremento de dislocaciones por la incompatibilidad térmica.
- Incremento de la difusividad en la matriz debido a la canalización de la difusión a través de las dislocaciones y/o difusión a lo largo de los límites de grano y de las interfases matriz/refuerzo.
- Agotamiento de vacantes en la matriz, asociado al efecto sumidero de las interfases para las dislocaciones, con una reducción de la difusividad en volumen y/o la supresión de la precipitación a baja temperatura de las fases tipo zonas Guinier-Preston.

- iv. Campos internos de tensiones residuales que afectarían la nucleación y crecimiento de precipitados coherentes con grandes deformaciones, y eficacia del endurecimiento por solución sólida.

Las reacciones entre el refuerzo y la matriz de aluminio anteriormente descritas pueden igualmente reducir la cantidad de soluto disponible para las reacciones de precipitación, lo que implicaría una reducción de la capacidad máxima de endurecimiento por precipitación.

Otro efecto de la incorporación de las partículas de refuerzo puede ser el afino de la microestructura, ya sea del grano de la fase α [SMN93] [SLH03], como de otras fases como el silicio en los materiales de fundición [Sur97] [ZXu97].

2.5. PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS AMC

La variación de las propiedades físicas de los materiales compuestos reforzados con partículas obedece a una simple regla de mezclas [Ahm01]. Así, la densidad variaría según una ecuación de la forma:

$$\delta_{MC} = \delta_m V_m + \delta_r V_r \quad (2.11)$$

donde:

- δ : densidad
- V : fracción en volumen
- MC: material compuesto
- m: matriz
- r: refuerzo

Otras propiedades como la conductividad eléctrica o el coeficiente de dilatación térmica requieren la consideración de la disposición de las diferentes fases y su asimilación a circuitos serie y/o paralelo, así como a su morfología, ajustándose a modelos como los siguientes [Ast98]:

$$\alpha_{MC} = \frac{\alpha_m V_m K_m + \alpha_r V_r K_r}{V_m K_m + V_r K_r} \quad (2.12)$$

$$\rho_{MC} = \rho_m \left[1 + \frac{V_r}{\left[\left(\frac{\rho_m}{\rho_r} \right) - 1 \right]^{-1} + \frac{(1-V_r)}{3}} \right]^{-1} \quad (2.13)$$

donde:

- α : coeficiente de dilatación
- ρ : resistividad eléctrica
- V : fracción en volumen
- K : conductividad

2.6. PROPIEDADES MECÁNICAS DE LOS AMC

La incorporación de las partículas de refuerzo a las aleaciones metálicas tiene como consecuencia un incremento de las propiedades resistentes y una disminución de la ductilidad. Este incremento de resistencia muestra una relación con la proporción del refuerzo (Fig. 2.28) y con el tamaño del mismo (Fig. 2.29)

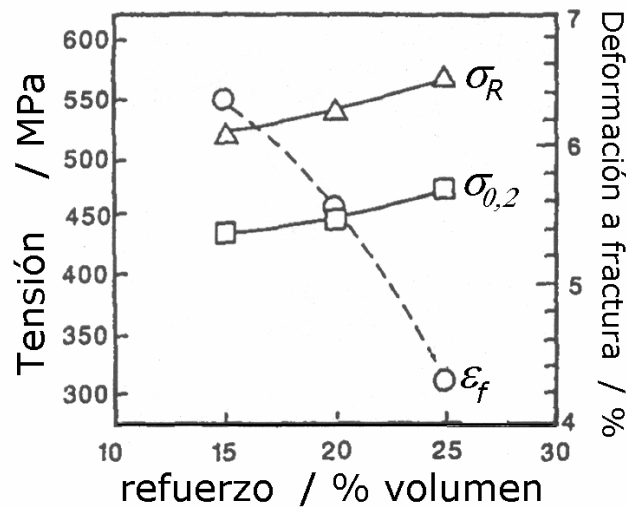


Fig. 2.28. Variación de la resistencia a tracción, σ_R , límite elástico, $\sigma_{0,2}$ y alargamiento a fractura, ϵ_f , con la proporción de refuerzo en 6013/SiCp T6 [GWa91].

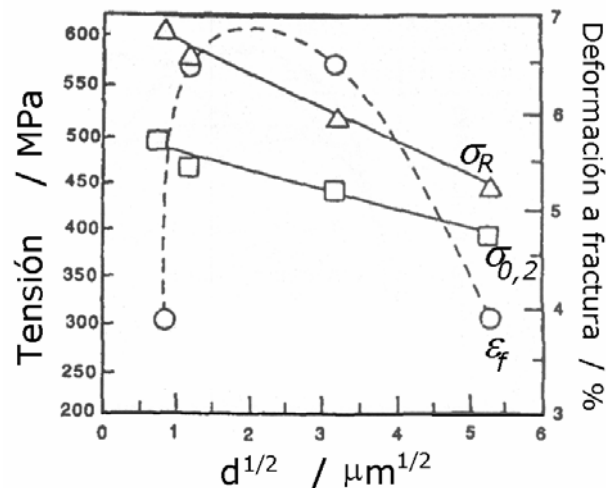


Fig. 2.29. Variación de la resistencia a tracción, σ_R , límite elástico, $\sigma_{0,2}$, y alargamiento a fractura, ϵ_f , con la raíz cuadrada del diámetro del refuerzo en 6013/SiCp T6 [Gwa91].

La variación de propiedades en los materiales compuestos se justifica mediante diferentes modelos teóricos, que intentan justificar el endurecimiento de los mismos. En general los podemos clasificar en tres grupos [CNS89] [WLa92] [Aik97] [PBR97] [FWJ02]:

- Modelos de endurecimiento de la matriz.
- Modelos de transferencia de carga al refuerzo.
- Modelos que combinan los dos anteriores.

Los modelos de endurecimiento de la matriz toman en consideración como elementos principales de endurecimiento la presencia de numerosas interfases matriz-refuerzo, la generación de una gran densidad de dislocaciones en estas regiones, el desarrollo de tensiones internas en la matriz y la aceleración de la cinética de precipitación.

Los modelos de transferencia de carga consideran al refuerzo como una fase dura e indeformable, que puede soportar la carga mejor que la matriz. Dentro de estos modelos los más utilizados son los de Eshelby [Esh57] [FBG04] y los de transmisión del esfuerzo cortante (modelo *shear lag*) [Cly89] [LMc99].

El modelo de Eshelby asume una morfología elíptica para el refuerzo y considera las tensiones de la matriz hacia el refuerzo, considerado éste como rígido e indeformable.

El modelo *shear lag* considera una morfología cilíndrica para el refuerzo, y toma en consideración el efecto de las tensiones de cizalladura en la matriz y en las entrecaras.

2.6.1. Interfase matriz-refuerzo y tensiones residuales

La mayoría de las propiedades mecánicas de los materiales compuestos vienen condicionadas por la interfase entre la matriz metálica y las partículas cerámicas de refuerzo, y fundamentalmente del grado de cohesión entre ambas. La capacidad de transferencia de carga de la matriz a las partículas condiciona la distribución local de tensiones, y con ello los mecanismos de daño en el material en términos de cargas monotónicas o de fatiga.

Si las partículas están decohesionadas de la matriz, no se produce una transferencia de carga efectiva, y la interfase juega el papel de micro grietas en el material. Esta decohesión puede producirse fundamentalmente por reacciones matriz-refuerzo en el propio proceso de conformación.

Cuando estos materiales se enfrían desde altas temperaturas en el proceso de conformación, o se efectúan tratamientos térmicos que impliquen enfriamientos rápidos, se inducen tensiones residuales entre la matriz y las partículas de refuerzo, siendo tensiones de tracción en la matriz y de compresión en las partículas. Estas tensiones son debidas tanto a la diferencia existente entre los coeficientes de dilatación térmica de la matriz metálica [Dut95] como a las distintas propiedades mecánicas de las mismas (límite elástico y módulo de Young).

Las tensiones residuales pueden tener efectos negativos en las propiedades mecánicas y en el daño a fatiga de los materiales y suponen la generación de una gran cantidad de dislocaciones en la matriz alrededor de las partículas de refuerzo. Este incremento puede llegar a ser de hasta dos órdenes de magnitud con respecto a la densidad inicial [LZP95]. También, en un caso extremo, pueden

promover la aparición de microgrietas por decohesión de las partículas respecto a la matriz o la rotura de estas partículas de refuerzo.

2.6.2. Comportamiento elástico

Los diferentes modelos aplicados al campo elástico de los materiales compuestos consideran a éstos como sólidos rígidos y al refuerzo como una fase sin defectos. La aplicación de la ley de mezclas a la determinación de módulo elástico proporcionaría las siguientes ecuaciones:

Longitudinal:
$$E_{MC} = (1 - V_r)E_m + V_r \sigma E_r \quad (2.14)$$

Transversal:
$$E_{MC} = \left[\left(\frac{(1 - V_r)}{E_m} \right) + \frac{V_r}{E_r} \right]^{-1} \quad (2.15)$$

donde:

- σ : tensión
- E: módulo elástico
- V: fracción en volumen
- MC: material compuesto
- m: matriz
- r: refuerzo

Modelos más elaborados son los anteriormente citados de Eshelby y de *shear lag*. Para fibras orientadas cortas, el modelo de *shear lag* proporciona la siguiente función:

$$E_{MC} = (1 - V_r)E_m + V_r E_r \left[1 - \frac{\left(\frac{E_m}{E_r} - 1 \right) \tanh\left(\frac{\beta l}{2}\right)}{\frac{\beta l}{2}} \right] \quad (2.16)$$

donde l es la longitud de la fibra y β :

$$\beta = \frac{2\sqrt{2}}{d} \sqrt{\frac{G_m}{E_r \ln(D/d)}} \quad (2.17)$$

con

- G_m : módulo cortante de la matriz
- d : diámetro de la fibra
- D : distancia media entre fibras

Modificaciones de esta expresión, para materiales compuestos reforzados con partículas, son las ecuaciones de Halpin-Tsai [GSu95] y de Corbin y Wilkinson [MWE97].

Los tratamientos térmicos tienen un efecto moderado en el módulo elástico de los materiales compuestos, pero pueden incrementar de forma notable el límite elástico.

2.6.3. Comportamiento plástico.

Los modelos de mezclas anteriores no justifican la finalización del campo elástico ni la respuesta plástica del material. El modelo más utilizado en la bibliografía para estimar el límite elástico, y con ello el inicio de la plasticidad generalizada, es el de Nardone y Prewé [NPr86], que tiene como expresión analítica:

$$\sigma_{MC} = \sigma_m \left(\frac{V_r (s + 4)}{4} + V_m \right) \quad (2.18)$$

donde σ_{MC} es el límite elástico del material compuesto, σ_m el límite elástico de la matriz, V_r y V_m las fracciones en volumen del refuerzo y de la matriz respectivamente y s el factor de forma del refuerzo.

En general, el límite elástico se incrementa con la cantidad de refuerzo y con una orientación paralela al eje principal de aplicación de las tensiones.

El incremento de la resistencia mecánica se justifica igualmente por una ley de mezclas:

$$\sigma_{MC} = (1 - V_r) \sigma_m + V_r \sigma_r \quad (2.19)$$

El análisis de este comportamiento es complejo, y requiere introducir la ley constitutiva del comportamiento plástico. En su forma más elemental, sin tener en cuenta factores como la velocidad de deformación o la temperatura, esta ley sería de la forma de la expresión de Ramberg-Osgood:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \left(\frac{\sigma}{K'} \right)^{1/n'} \quad (2.20)$$

donde ε es la deformación total. Esta expresión puede considerarse la componente global de la ley de Hooke (componente elástica) y la ley de Hollomon (componente plástica):

$$\sigma = E\varepsilon|_{el} + K\varepsilon^n|_{pl} \quad (2.21)$$

Otros estudios toman en consideración la posible aglomeración de las partículas de refuerzo, y la variación del comportamiento a ello asociada, asociando estas aglomeraciones a fases o constituyentes con unas propiedades específicas [HKH03]:

$$\sigma_{MC} = (1 - V_r) \sigma_m + (V_r - V_a) \sigma_r + V_a \sigma_a \quad (2.22)$$

donde V_a es la fracción volumétrica de estos aglomerados.

Los mecanismos que provocan un incremento de la rigidez y de la resistencia de los materiales compuestos, con respecto a las aleaciones no reforzadas, pueden ser diversos [SWS99]:

- Generación de una mayor densidad de dislocaciones (endurecimiento de temple). De acuerdo con la teoría de dislocaciones, el esfuerzo cortante de flujo es función de la raíz cuadrada de la densidad de dislocaciones [HMW78]. Más efectivo para partículas grandes.

- Endurecimiento por precipitación (mecanismo de Orowan). Mayor en los materiales compuestos debido a la mayor densidad de dislocaciones [Ver87], más efectivo para partículas pequeñas.
- Endurecimiento por grano y subgrano. El afino de la microestructura provocado por el refuerzo incrementa de esta forma la resistencia mecánica. Este mecanismo viene modelizado por la ecuación de Hall-Petch [SBI99]. A este respecto, algunos autores consideran que el SiC es mucho más efectivo que la Al_2O_3 [SSL95].
- Transferencia de carga de la matriz al refuerzo. Descritos por los modelos de Eshelby o de *shear lag*.

Este endurecimiento depende de la cantidad de refuerzo, pero también de su morfología, naturaleza, tamaño y distribución espacial [LGo98]. Una disminución del tamaño de las partículas también puede ocasionar un incremento de la resistencia en términos de endurecimiento por dispersión [SSF98] [SSC98].

La fractura del material compuesto se produciría por la fractura de la matriz o por la decohesión entre el refuerzo y la matriz, otros mecanismos como la rotura de las partículas de refuerzo serían secundarios [TXL01].

La capacidad de endurecimiento dependerá finalmente de la capacidad de acomodación de daño que pueda realizar la matriz de aluminio. Cuando esta capacidad se sature se producirá la rotura de la matriz.

Si esta capacidad de acomodo es superior a la energía de cohesión de la interfase matriz-refuerzo se producirá la decohesión inicial de la misma, antes de la fractura de la matriz. Finalmente, si la capacidad de transferencia de carga es tal que se aplican tensiones lo suficientemente elevadas al refuerzo, se fracturará éste [CWS02].

La resistencia a la tracción de los materiales compuestos reforzados con partículas de SiC es mayor que la de los reforzados con Al_2O_3 ,

debido a su mayor capacidad de acomodar deformaciones diferentes entre la matriz y el refuerzo sin decohesión en la interfase.

La prevalencia de un mecanismo de fallo dependerá tanto de las características de la matriz como de su capacidad de acomodo de daño, siendo ésta mayor en materiales que no se haya alcanzado el máximo de resistencia (Fig. 2.30). Partículas de gran tamaño también tendrán mayor probabilidad de fractura, debido a la mayor probabilidad de existencia de defectos en las mismas [MPa00].

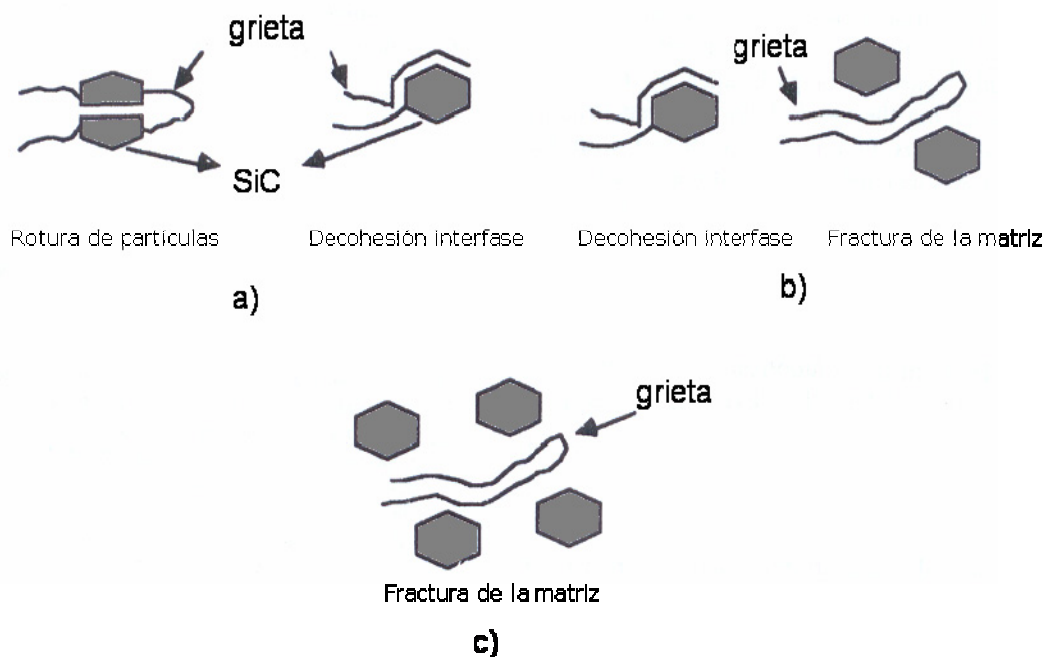


Fig. 2.30. Esquema de los mecanismos de fallo predominantes en materiales compuestos sujetos a tratamientos de: a) T6, b) enfriamiento rápido desde la temperatura de solubilización, y c) enfriamiento lento desde la temperatura de solubilización [GSQ97].

Uno de los mayores inconvenientes observados para poder establecer un modelo único es la gran variedad de factores que influyen en la respuesta mecánica. Las partículas de refuerzo no son siempre las mismas, dependiendo del fabricante y del proceso de fabricación. La forma de obtener el material compuesto como materia prima también es otro de los problemas para poder comparar resultados.

La respuesta a elevadas temperaturas también se ve algo mejorada con la adición de las partículas de refuerzo (Fig. 2.31). La mayor estabilidad térmica de las cerámicas estabiliza el comportamiento de la matriz, siendo preferente un tamaño pequeño de las mismas

[GWe97], pero a partir de 200 °C la degradación de propiedades es mucho más considerable en el material reforzado [SPu98] [Maz99].

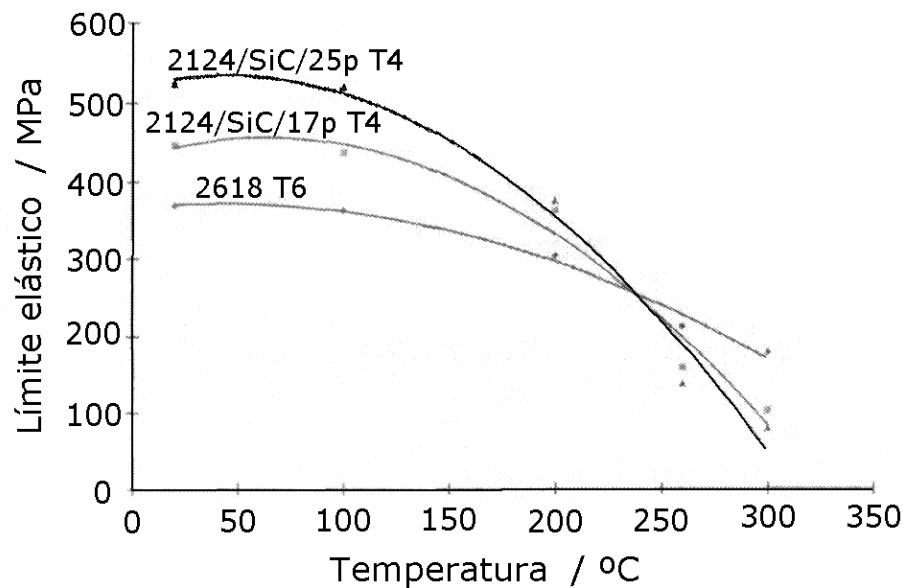


Fig. 2.31. Efecto de la temperatura en la resistencia mecánica [SPu98].

2.6.4. Comportamiento a fatiga

Uno de los aspectos más importantes, y que más disparidad de resultados ofrece la bibliografía, es la resistencia a la fatiga de los materiales metálicos compuestos. Las controversias entre los diferentes estudios pueden obedecer a diferencias estructurales en lo que *a priori* se considera el mismo material. Estas variaciones, como se ha comentado, pueden ser debidas a distintos factores:

- Diferentes procesos de obtención de la materia prima y de conformación del MMC introducen diferente tipología de defectos en el material. Un ejemplo típico sería el diferente grado de adhesión entre la matriz y el refuerzo conseguido por distintos fabricantes.

- La distribución de forma y de tamaño del refuerzo también puede variar según los fabricantes.
- La discrepancia entre las propiedades mecánicas también puede ser debida a diferentes reacciones en la interfase producidas en las diferentes técnicas de fabricación.

La mayoría de estudios realizados muestran que, tanto el material reforzado como la matriz, experimentan un endurecimiento en los primeros ciclos de la curva tensión-deformación cíclica (figs 2.32 y 2.33). En general, los materiales con envejecimiento natural suelen mostrar una elevada tendencia al endurecimiento y una baja resistencia a la deformación cíclica; sin embargo, el envejecimiento artificial suele provocar una respuesta contraria [WLS95].

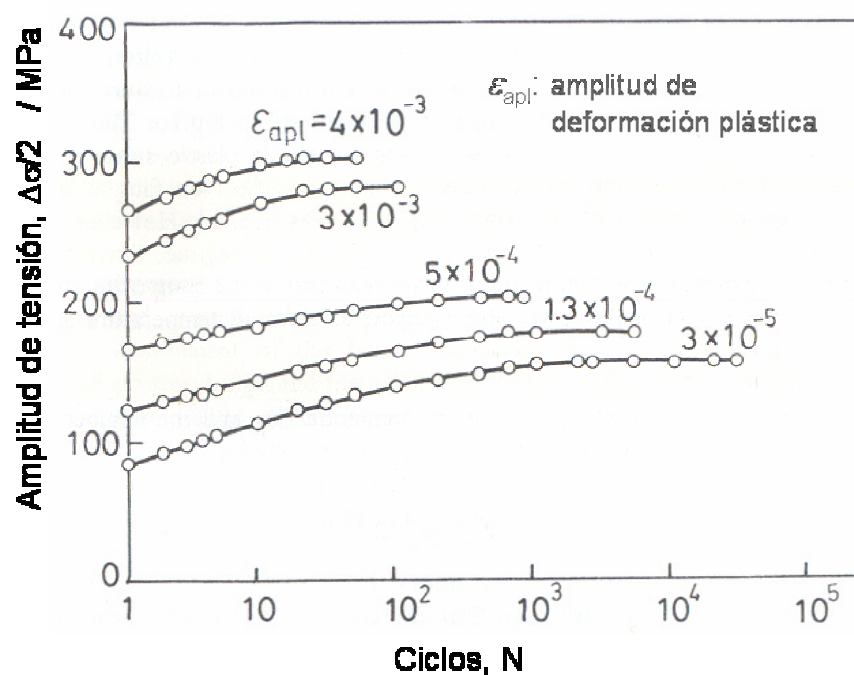


Fig. 2.32. Curva tensión-deformación cíclica para el material compuesto 6061/SiCp/20p T6 [WLS95].

Después del endurecimiento inicial el material reforzado suele reblandecerse progresivamente. En contraste, las aleaciones de aluminio no reforzadas suelen mostrar una región intermedia estable después del primer endurecimiento cíclico para experimentar un segundo endurecimiento antes de la fractura (Fig. 2.32) [WLS95] [Wan95].

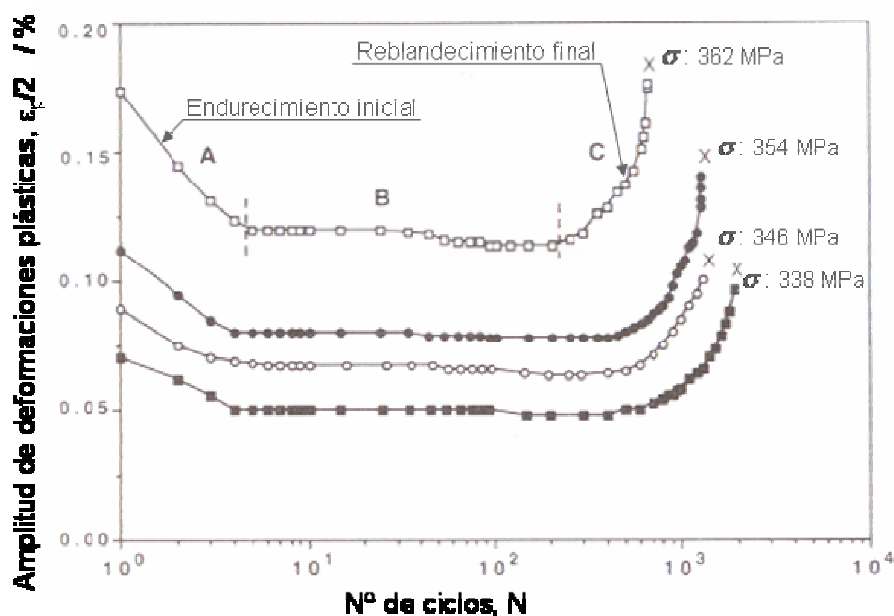


Fig. 2.33. Curva de endurecimiento cíclico para el material compuesto 6061/Al₂O₃/15p T6 para diferentes amplitudes de tensiones [Wan95].

El efecto del refuerzo en el comportamiento a la fatiga es diferente en la etapa de nucleación de grietas que en la etapa de propagación. El tamaño de las partículas también ejerce su influencia en el comportamiento a fatiga de estos materiales.

En el régimen de bajo número de ciclos, la matriz muestra generalmente una resistencia a la fatiga superior al material compuesto, mientras que en el régimen de elevado número de ciclos es el material compuesto el que aparentemente presenta mejor comportamiento a fatiga (Fig. 2.34). Este comportamiento se justifica en parte por la mayor ductilidad que presenta la matriz respecto al material compuesto, y que facilita, en el régimen de bajo número de ciclos, la acomodación de la deformación cíclica impuesta al material [Ast98]. Este comportamiento no siempre se repite en otros estudios [Wan95].

El número de ciclos para el inicio de las grietas de fatiga decrece con el incremento del tamaño de las partículas de refuerzo [TSK99]. La velocidad de crecimiento de las grietas, sin embargo, disminuye con el incremento del tamaño de las partículas, al contrario de lo que sucede con el inicio de las mismas [SGr97].

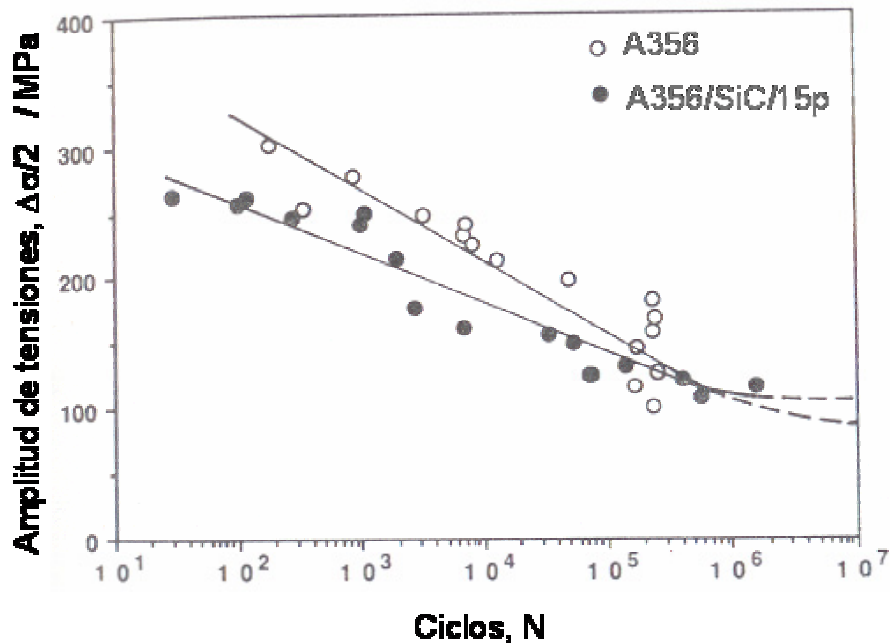


Fig. 2.34. Curvas S-N de la aleación A356 y del material compuesto A356/SiC/15p [Wan95].

2.7. TRIBOLOGIA DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

El comportamiento tribológico de un sistema depende tanto de los materiales que lo integran como de otros factores como podrían ser el estado superficial, la presión, el medio o las velocidades de deslizamiento o de rodadura [BZD00].

Las variables principales que se utilizan para definir la respuesta de un material en un sistema tribológico son el coeficiente de fricción y la resistencia al desgaste [Sar90].

El coeficiente de fricción es un parámetro que identifica la tendencia a la adhesión y a la deformación entre los cuerpos deslizantes, y depende tanto de los materiales que forman el sistema y de la rugosidad de las superficies en contacto como de la velocidad de deslizamiento [Sar90].

Los mecanismos básicos de desgaste son el desgaste adhesivo y el desgaste abrasivo. El desgaste adhesivo implica deformación plástica, unión difusiva entre las asperezas de las superficies en contacto y la

rotura de dichas uniones. El desgaste abrasivo tiene lugar por la acción de una fase dura y dispersa que provoca la eliminación del material con la formación de surcos [Bhu01].

El modelo más utilizado para analizar el desgaste es el desarrollado por Archard para el desgaste adhesivo [Arc53]:

$$V = K_s \frac{PL}{3H} \quad (2.23)$$

donde:

- V: volumen de material perdido (desgaste)
- L: distancia recorrida
- P: carga normal a la superficie de desgaste
- H: dureza Brinell de material blando
- K_s : parámetro adimensional

El aluminio y sus aleaciones muestran en general una escasa resistencia al desgaste debido a su baja dureza [HBa95] [TMa00], lo que limita enormemente sus aplicaciones industriales [Kev03]. La incorporación de partículas de refuerzo modifica esta conducta.

Según su comportamiento al desgaste, los materiales compuestos de matriz de aluminio pueden clasificarse en dos grupos, según el tipo de refuerzo utilizado [MRL98].

Un primer grupo lo constituirían los materiales reforzados con partículas duras, como el SiC o la Al_2O_3 . Este tipo de refuerzo incrementa la dureza del material, por lo que, según el modelo de Archard mejoran la resistencia al desgaste adhesivo [Yan03], siendo mayor esta resistencia con el contenido del refuerzo [Sah99] (Fig. 2.35).

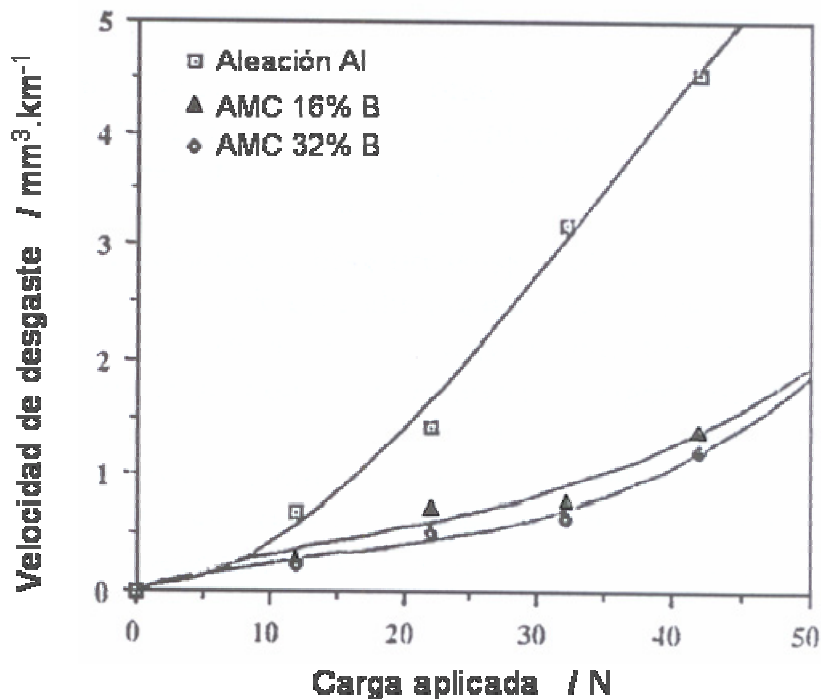


Fig. 2.35. Velocidad de desgaste en función de la carga aplicada para materiales compuestos base aluminio reforzados con fibras de boro [Sah99].

Otro grupo lo constituyen los materiales reforzados con partículas blandas, fundamentalmente grafito, que consiguen disminuir el coeficiente de fricción y mejorar la resistencia al desgaste, al actuar el refuerzo como elemento lubricante [GOU01] [Pos03].

Las partículas duras de refuerzo pueden influir realmente en la resistencia al desgaste de tres formas diferentes [MHH97]:

- Incrementando la resistencia a la deformación-adhesión, restringiendo en consecuencia la transferencia inicial de residuos del desgaste hacia el contracuerpo.
- Una mayor resistencia al desgaste abrasivo, que limita el desgaste en tiempos intermedios.
- Elevada susceptibilidad al desgaste por delaminación, que explica el fuerte incremento del desgaste a ciclos largos.

Este último comportamiento se complementa con el hecho de que las partículas de SiC, arrancadas y atrapadas en la superficie de los componentes, aceleran el desgaste mediante el proceso de desgaste

abrasivo de tres cuerpos [HBa95] [DVT02], disminuyendo la resistencia al desgaste a largo plazo [MHS96].

La resistencia al desgaste también se ha mostrado como función de la carga aplicada. Los materiales compuestos tienen una resistencia al desgaste mayor que las aleaciones no reforzadas para cargas pequeñas, mientras que para cargas elevadas la fractura de las partículas cerámicas empeora este comportamiento [ZAI93].

De los dos tipos de partículas duras más utilizadas, la Al_2O_3 proporcionaría mayor resistencia al desgaste que el SiC para tamaños de partículas grandes, siendo su comportamiento similar para tamaños inferiores a las $20\text{ }\mu\text{m}$ (Fig. 2.36) [AGB99] [AYB99].

La resistencia al desgaste se ve incrementada cuando la distribución de las partículas es homogénea [BMe82], y son de pequeño tamaño [DMS02].

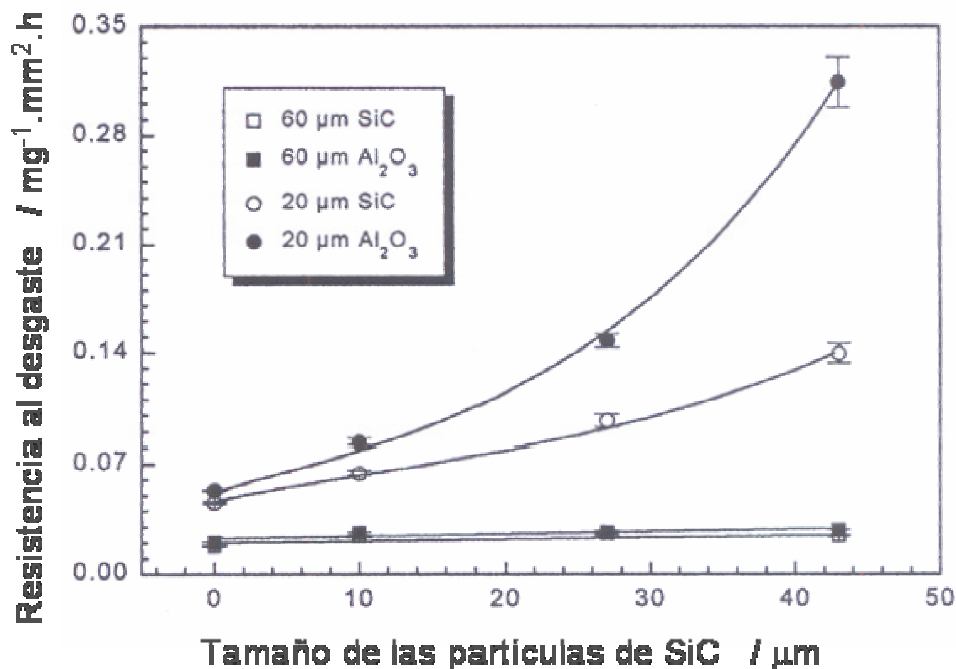


Fig. 2.36. Resistencia al desgaste en función del tamaño de las partículas de SiC para el material 1100/SiC/20p [AYB99].

2.8. COMPORTAMIENTO FRENTE A LA CORROSIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

La corrosión se puede definir como el deterioro de un material por efecto de su reacción con el medio que lo rodea, reacción que es consecuencia de la tendencia de cualquier sistema a adquirir el estado más estable termodinámicamente.

El análisis de la resistencia a la corrosión de los materiales compuestos será, en esencia, el análisis de la resistencia a la corrosión de las aleaciones metálicas, teniendo en cuenta la influencia del medio y la modificación que pueda suponer la adición del refuerzo.

2.8.1. Resistencia a la corrosión de las aleaciones de aluminio

Como indica su posición en las series electromotrices, el aluminio es uno de los metales menos nobles desde el punto de vista termodinámico (Tabla 2.2). A pesar de ello, el aluminio y sus aleaciones tienen una excelente resistencia a la corrosión en la mayoría de medios, debido al carácter protector de su capa de óxido. Esta película, de tan solo unos 5 nm (50 Å), se forma de modo natural inmediatamente de su exposición al aire [Dav99].

Tabla 2.2. Potenciales estándar de reducción de metales respecto al electrodo de hidrógeno estándar, a 25 °C [ASM92b].

Reacción en el electrodo	Potencial /V	Reacción en el electrodo	Potencial /V
$\text{Au}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Au}$	1,500	$\text{Ni}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ni}$	-0,250
$\text{Hg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Hg}$	0,854	$\text{Fe}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}$	-0,440
$\text{Ag}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Ag}$	0,800	$\text{Zn}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Zn}$	-0,763
$\text{Cu}^+ + \text{e}^- \rightarrow \text{Cu}$	0,521	$\text{Ti}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ti}$	-1,630
$\text{Cu}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cu}$	0,337	$\text{Al}^{3+} + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Al}$	-1,660
$2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$	referencia	$\text{Mg}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Mg}$	-2,370

Cuando esta capa sufre algún daño vuelve a regenerarse en la mayoría de medios aireados, proporcionando de esta manera una

protección al material base. Mientras se produzca esta regeneración el material mantendrá su resistencia a la corrosión. La naturaleza química de esta capa depende de la temperatura y de la naturaleza química del medio, pero consta básicamente de una capa interna en contacto con el metal, de unos 3 nm de espesor, y formada de Al_2O_3 , y otra exterior resultado de la reacción de esta capa interna con el medio (Fig. 2.37).

Esta capa externa sería bayerita, $\text{Al}(\text{OH})_3$, si se forma a altas temperaturas, y bohemita, $\text{AlO}(\text{OH})$, si su formación tiene lugar a bajas temperaturas. En medios diferentes son posibles otras especies como la gibbsita o la hidrargilita.

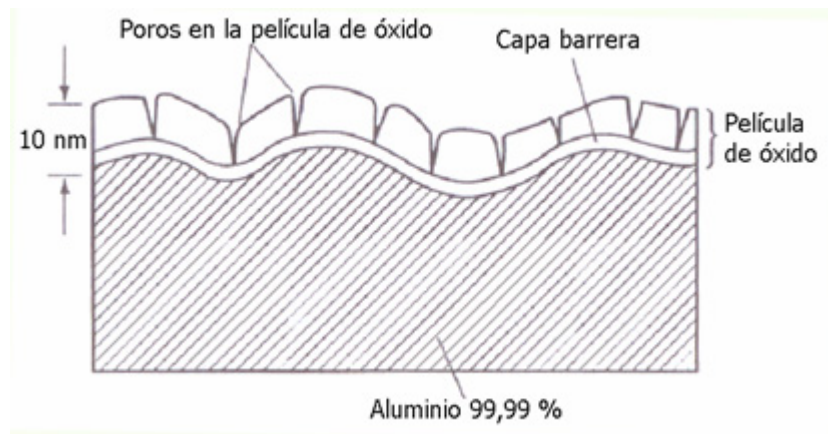


Fig. 2.37. Esquema de la película de óxido que se forma en el aluminio [Dav99].

2.8.2. Corrosión de las aleaciones de aluminio

Las condiciones para la estabilidad termodinámica de la capa de óxido están expresadas en el diagrama de Pourbaix (Fig. 2.38), que proporciona información sobre las fases termodinámicamente estables en función del potencial de electrodo y del pH del medio. En un diagrama E-pH se distinguen una región de estabilidad de la capa de óxido, en la que no se produce ninguna reacción de corrosión (región de inmunidad), otra región en la que, tras una primera reacción de deterioro, la capa se regenera (región de pasividad), y otra región en la que se produce corrosión.

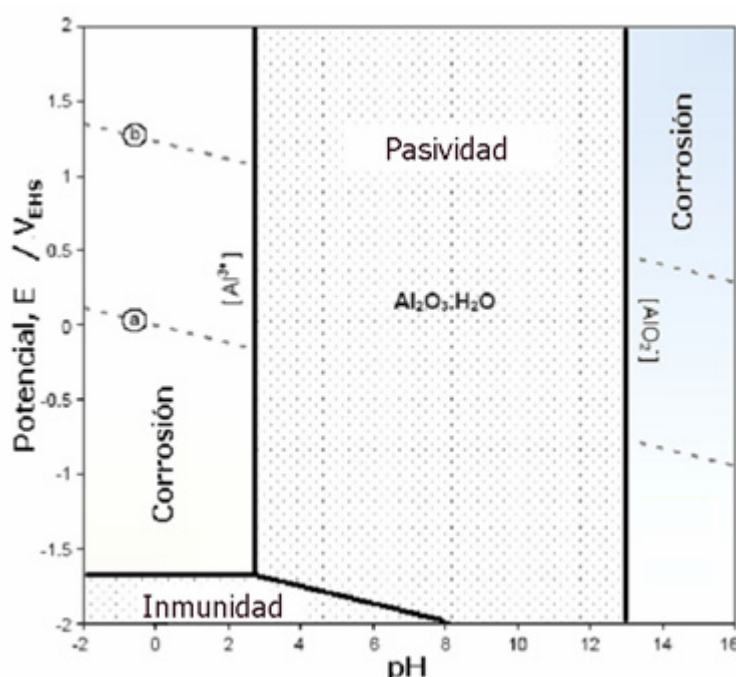


Fig. 2.38. Diagrama de Pourbaix (E-pH) para el aluminio puro, a una concentración de las especies disueltas $a_{Al^{3+}} = a_{AlO_2^-} = 10^0$. Dominio de estabilidad del agua entre las líneas **a** y **b** [Rob00].

En el caso del aluminio, se presentan tres tipos de corrosión; corrosión por picadura, corrosión intergranular y, en mucho menor grado, corrosión generalizada.

La corrosión generalizada es rara en el aluminio, excepto en condiciones extremas de acidez o de alcalinidad, siendo más frecuentes las formas de corrosión localizada como son la corrosión por picaduras, por resquicios, filiforme, corrosión intergranular y exfoliación [Dav99].

De todas ellas, la corrosión por picadura es la forma de corrosión más usual en las aleaciones de aluminio. El inicio de la picadura es la formación de un ánodo local, debido a la existencia de factores diferentes como pueden ser impurezas en la superficie, precipitados intermetálicos, tensiones locales, diferencias en la composición, aireación diferencial, etc. La corrosión puede producirse por la formación de precipitados intermetálicos catódicos, producidos en los procesos de conformación o en los tratamientos térmicos (Tabla 2.3) tal y como se describe en la Fig. 2.39.

Tabla 2.3. Potenciales de corrosión de algunas fases, en una solución 0,1 M de NaCl [BBu05] [Var02].

	Fase	E_{COR} / mV_{ECS}
Fases catódicas	Si	-170
	Al ₃ Ni	-430
	Al ₃ Fe	-539
	Al ₇ Cu ₂ Fe	-551
	Al ₃ Ti	-603
	Al ₂ Cu	-665
	Al ₆ Mn	-779
	Al	-840
Fases anódicas	Al ₂ CuMg	-883
	MgZn ₂	-960
	Mg ₂ Al ₃	-1013
	Al ₃ Mg ₂	-1150
	Mg ₂ Si	-1538

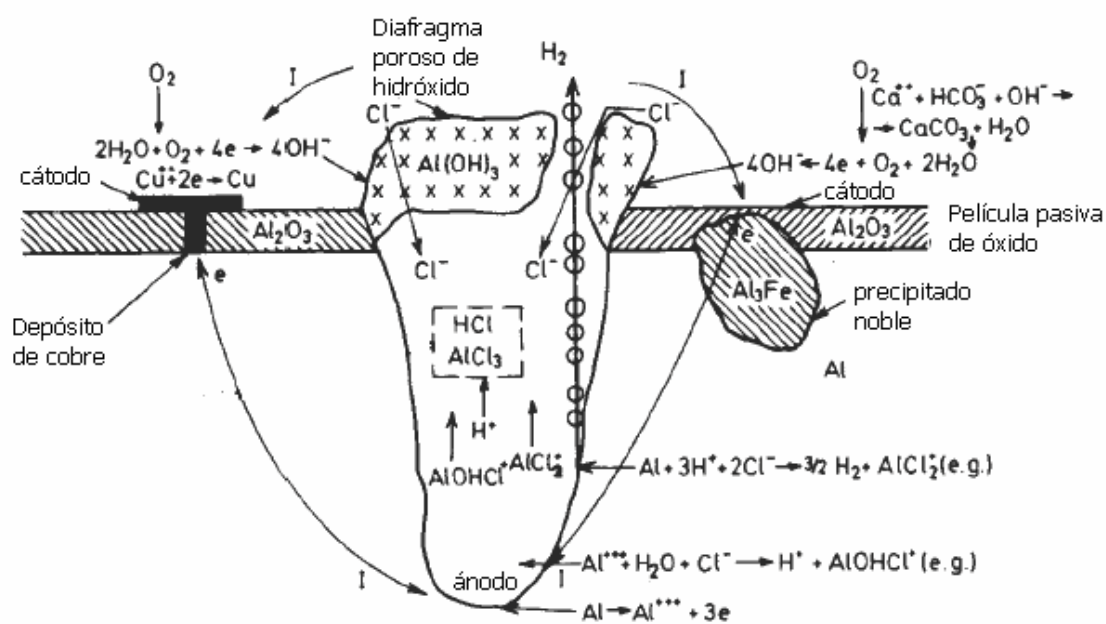


Fig.2.39. Picaduras en las aleaciones de aluminio, favorecidas por la presencia de zonas catódicas [SJB94].

La adición de elementos de aleación modifica el potencial de corrosión del aluminio en sentido anódico o catódico, modificando la resistencia a la corrosión del aluminio (Fig. 2.40).

Las aleaciones de aluminio son susceptibles a la corrosión intergranular cuando hay segregación o precipitación de segundas fases, anódicas o más catódicas, en los límites de grano.

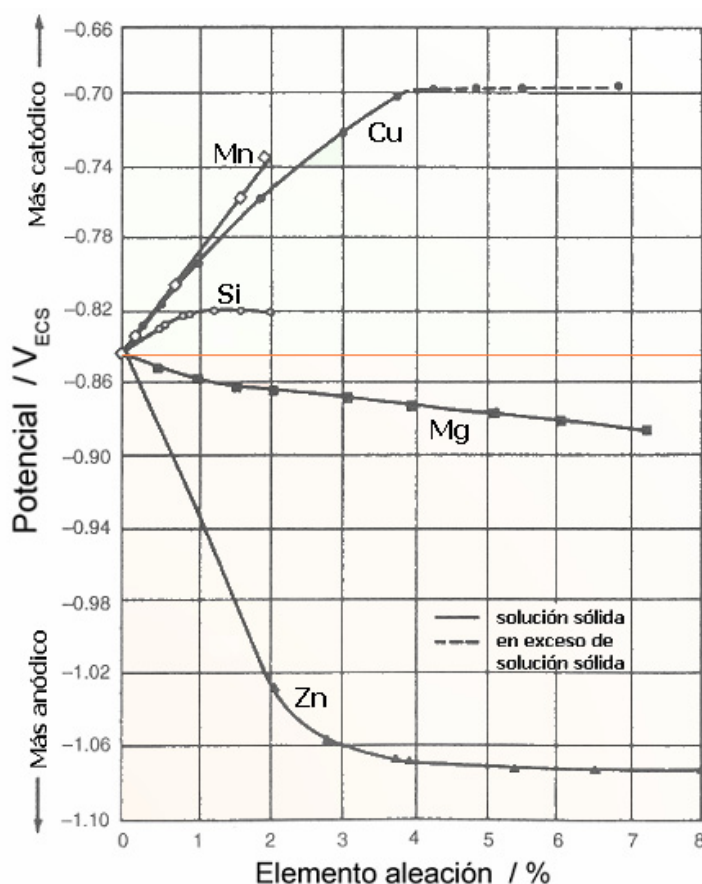


Fig. 2.40. Efecto de los principales elementos de aleación en el potencial de corrosión del aluminio. [Dav99].

2.8.3. Resistencia a la corrosión de los materiales compuestos base aluminio

La incorporación de refuerzos a las aleaciones de aluminio modifica su comportamiento frente a la corrosión. Los problemas de corrosión más comunes que se pueden presentar como consecuencia de la

presencia del refuerzo se pueden clasificar de la siguiente forma [LCI93]:

- Corrosión por la formación de pares galvánicos entre el refuerzo y la matriz.
- Corrosión selectiva de la interfase matriz/refuerzo.
- Corrosión de la matriz por defectos originados en la conformación del material.

La corrosión por la formación de pares galvánicos se produce cuando hay un marcado carácter anódico-catódico entre ambos constituyentes. Este fenómeno se produce en el caso de los refuerzos de grafito, pero no se observa en el caso del SiC o de la Al_2O_3 , dado el carácter dieléctrico de estas cerámicas [Arr94].

La corrosión selectiva de la interfase matriz/refuerzo está muy generalizada en los materiales compuestos [KBu97]. Se han propuesto varios mecanismos para este fenómeno [TNH96]:

- Segregación de elementos de aleación en la interfase matriz/refuerzo. Este fenómeno implica la precipitación preferencial de fases, más anódicas o más catódicas que la matriz, provocando pares galvánicos. Otro fenómeno, consecuencia del anterior, es el agotamiento local de los elementos en solución sólida en el aluminio, creando diferencias de reactividad en la matriz de aluminio [SUM99].
- Tensiones residuales en la matriz, alrededor de las partículas de refuerzo.
- Defectos, como microcavidades, en esta región.

La posible reacción entre la matriz y el refuerzo es otro factor que puede afectar a la corrosión. Así, la formación del compuesto Al_4C_3 en el caso de las aleaciones reforzadas con SiC supondría un empeoramiento del comportamiento a la corrosión [LCI93].

Todos estos fenómenos reducen la resistencia al inicio de las picaduras en los materiales compuestos. Sin embargo, en algunos casos, las partículas de refuerzo pueden actuar como barreras al progreso de las mismas.

Para evaluar la resistencia a la corrosión y contribuir a la interpretación del proceso se utilizan técnicas electroquímicas. Con ellas se obtienen las curvas de polarización y, a partir de ellas, se determinan los potenciales de picadura, E_{PIC} , y de corrosión, E_{COR} (Fig. 2.41) [TNH96].

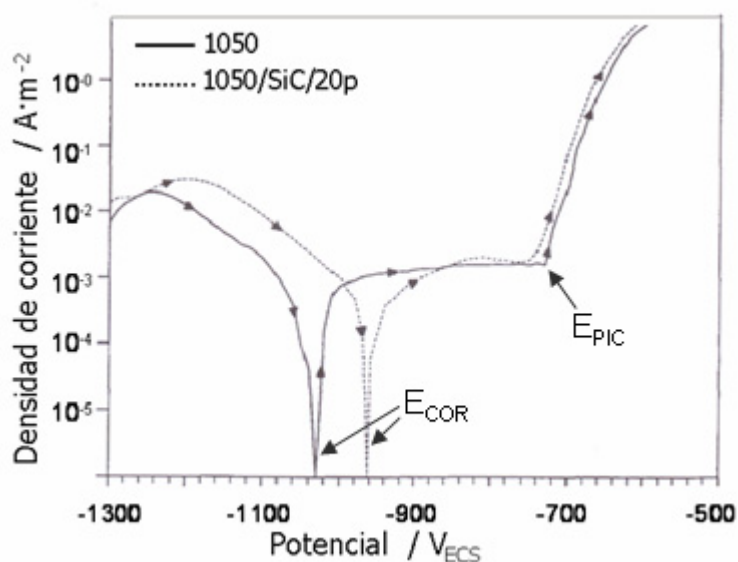


Fig. 2.41. Curvas de polarización para el aluminio 1050 y el material compuesto 1050/SiC/20p [TNH96].

Capítulo 3
MATERIALES

3. MATERIALES

En este capítulo se describen las principales características de los distintos materiales utilizados en la presente tesis. Se analizan por separado las matrices de los respectivos materiales reforzados. Para cada uno de ellos se resumen las características más importantes y la información facilitada por los suministradores de las diferentes materias primas.

3.1. ALEACIÓN A359

La aleación A359 y el material compuesto A359/SiC/20p fueron suministrados por la empresa Duralcan (San Diego, EEUU), y posteriormente colados por gravedad en molde de arena por la empresa Teksid (Italia). Los elementos principales de aleación de la matriz son Al, Si y Mg y la composición nominal de esta aleación se muestra en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1. Composición química nominal de la aleación A359 [ASM93].

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Al
% en peso	8,5 - 9,5	0,12	0,10	0,10	0,55 - 0,70	0,10	0,20	resto

Las características del material suministrado son las siguientes:

- Lingote de 300x200x120 mm, en estado de colada (tabla 3.2), correspondiente a una primera prueba de colada en molde de arena (lingote L1).
- Lingote de 230x170x170 mm, en estado T6, correspondiente a un lingote de una segunda colada (lingote L2).

Tabla 3.2. Composición química de la aleación A359 utilizada en este estudio.

Elemento	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Cr	Na
% en peso	89,58	9,45	0,12	0,06	0,03	0,61	0,002	0,135	0,004	0,003

3.2. MATERIAL COMPUESTO A359/SiC/20p

El material compuesto se corresponde con el de designación F3S.20S de Duralcan, obtenido mediante el proceso del mismo nombre patentado por esta empresa (Fig. 3.1), y consistente en una mezcla de un 20% en peso de las partículas de refuerzo en la aleación metálica fundida.

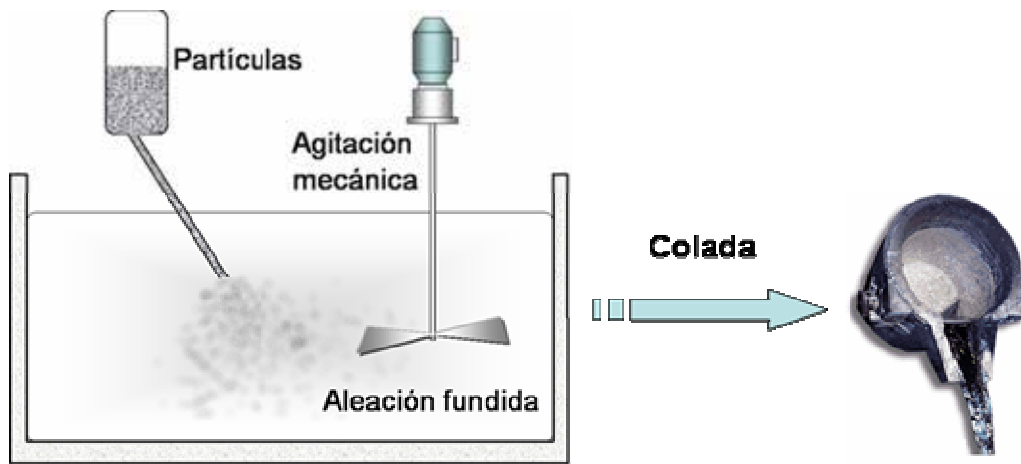


Fig. 3. 1. Esquema del proceso Duralcan.

Las características del material suministrado son las siguientes:

- Lingote de 230x200x170 mm, en estado de colada. Suministrado por Teksid (lingote L3).
- Lingote de 230x200x180 mm, en estado T6. Suministrado por Teksid (lingote L4).
- Un componente mecanizado (tambor de freno), identificado con el número C1, en estado T6. Suministrado por Teksid a través de Centro Recherche Fiat (Fig. 3.2), y obtenido mediante moldeo en arena.



Fig. 3. 2. Tambor de freno suministrado por CR Fiat.

3.3. ALEACIÓN 2124

La aleación A2124 y el material compuesto A2124/SiC/17p fueron suministrados por AMC (Farnborough, Reino Unido) y obtenidos mediante técnicas de aleación mecánica, pulvimetalurgia y forja. El material entregado por AMC consistió en barras de 314 mm de largo por 125 mm de diámetro.

Posteriormente se conformaron en forja abierta por Forges de Bologne (Bologne, Francia), hasta conseguir un producto de 500x150x45 mm.

Los elementos principales de aleación de la matriz son Al, Cu y Mg y su composición nominal se muestra en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3. Composición química nominal de la aleación A2124 [ASM93].

Elemento	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Cr	Zn	Ti	Al
% en peso	3,8-4,9	1,2-1,8	0,30-0,9	0,20	0,30	0,10	0,25	0,15	resto

Las características del material suministrado son las siguientes:

- Lingote de 500x150x45 mm en estado T4 (tabla 3.4), facilitado por EADS (lingote L5)

- 10 probetas de fatiga fracturadas, facilitadas por National University of Ireland-Galway, e identificadas genéricamente como UCG.

Tabla 3.4. Composición química de la aleación A2124 utilizada en este estudio.

Elemento	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Cr	Zn	Ti	Cr
% en peso	93,84	4,08	1,38	0,58	0,03	0,07	0,003	0,003	0,001	0,003

3.4. MATERIAL COMPUESTO A2124/SiC/17p

El material compuesto fue obtenido mediante aleación mecánica y pulvimetalurgia de la mezcla de la aleación 2124 con un 17% en peso de partículas de SiC, mediante el proceso patentado AMC (Fig. 3.3).

El material entregado por AMC consistió en barras de 314 mm de largo por 125 mm de diámetro.

Posteriormente se conformaron a 450 °C en forja abierta por Forges de Bologne (Bologne, Francia), hasta conseguir un producto de 500x150x45 mm (Fig. 3.4). El estado de recepción fue el de T4, según documentación de EADS.

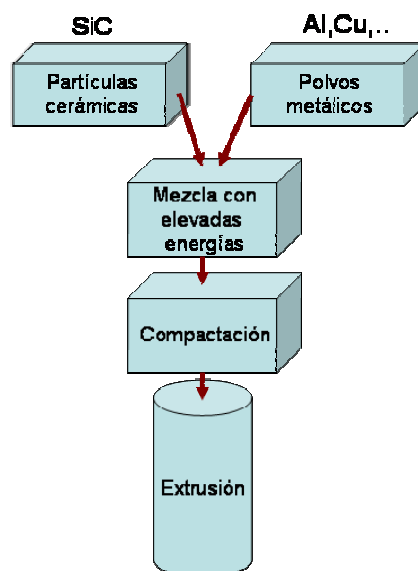


Fig. 3.3. Esquema de flujo de material en el proceso AMC.

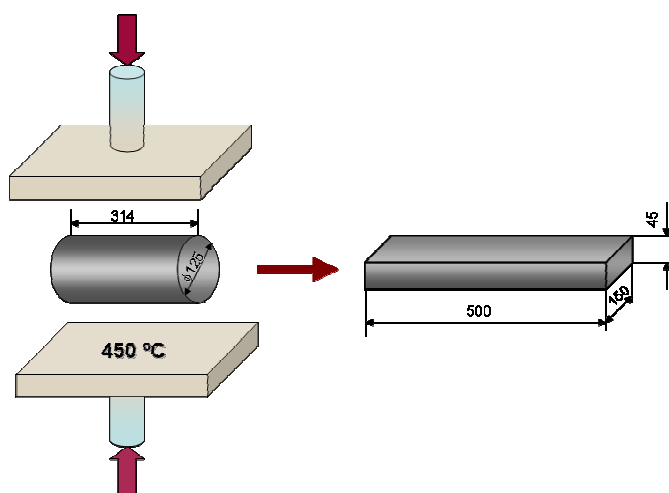


Fig. 3. 4. Esquema del proceso de forja realizado por Forges de Bologne.

Las características del material suministrado son las siguientes:

- Lingote de 500x150x45 mm en estado T4, facilitado por EADS (lingote L6).
- 7 probetas de fatiga fracturadas, facilitadas por DERA, e identificadas como D5003, D5008, D5009, D5459, D5461, D5463 y D5821.
- 4 probetas de fatiga fracturadas, facilitadas por ESI, e identificadas como XA05678, XA06239, XA06259 y XA06260.
- 1 probeta de fatiga fracturada, facilitada por NUIG e identificada como UCGA877.

Capítulo 4

MÉTODOS EXPERIMENTALES

4.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

Las propiedades de los materiales vienen condicionadas por la microestructura, y esta por el proceso de fabricación. Ello hace necesario el determinar la microestructura de los distintos materiales y analizar la influencia del proceso de conformación en cada caso.

La caracterización microestructural de las distintas aleaciones se ha realizado utilizando técnicas metalográficas convencionales para la preparación de las muestras. Los diferentes procesos de fabricación pueden producir textura en algunos de ellos, por lo que para el estudio de los mismos se establece un protocolo de procesamiento que empieza por la definición de planos y direcciones a analizar.

En el caso de los materiales de fundición será necesario determinar la presencia de las diferentes fases, la forma y tamaño del grano, y también la posible presencia de defectos, básicamente en forma de porosidad. De la aleación no reforzada se dispone de un único lingote, obtenido mediante fundición en arena, y en estado de envejecimiento artificial (T6). Del material A359/SiC/20p se ha dispuesto a lo largo del estudio de dos tipos de lingotes, uno aleado con Sr (lingote L2) y otro sin (lingote L1), así como del componente fabricado con dicho material modificado, un tambor de freno, todos ellos en estado T6.

En el caso de los materiales de forja se ha dispuesto de los lingotes L5 y L6, recibidos inicialmente en estado de envejecimiento natural (T4). La texturización producida en el proceso de fabricación implica la realización de un estudio de la microestructura en diferentes planos y direcciones.

A partir de los lingotes iniciales se procede a la extracción de las muestras mediante corte con sierra en el caso de las aleaciones no reforzadas y mediante electroerosión por hilo en el caso de los materiales compuestos.

4.1.1. Preparación de probetas metalográficas

Todas las muestras se montan en una prensa metalográfica utilizando una resina termoestable. La probeta se somete a un desbaste inicial con la ayuda de una pulidora de bandas. Seguidamente se realiza un desbaste intermedio con un papel abrasivo de diversas granulometrías (400, 800 y 1200), en una pulidora automática de disco. Por último se realiza un pulido final en tres etapas utilizando sucesivamente: alúmina, óxido de magnesio y sílice coloidal.

El ataque para poner de relieve las diferentes fases fue diferente para los distintos materiales. El macro ataque para identificar el grano se realizó, en todos los casos, con una solución diluida de FeCl_3 .

El ataque para evidenciar la microestructura de los materiales de fundición se realizó fundamentalmente con una solución diluida de HF al 0,5% (ASTM E3-95). Para diferenciar el Si del SiC se procedió a la utilización de reactivos capaces de colorear el silicio [FMN00b]. Dicho ataque consistió en las siguientes etapas:

1. Decapado con una solución acuosa de NaOH al 10% durante 30 segundos.
2. Lavado de la probeta con agua destilada.
3. Ataque por inmersión en solución acuosa al 10% de HNO_3 .
4. Lavado de la probeta con agua destilada a 80 °C.
5. Ataque por inmersión en el reactivo colorante en tiempos comprendidos entre los 30 segundos y los 3 minutos.

El reactivo colorante se obtuvo a partir de:

- 2,5 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- 10 mL H_2O
- 10 mL HNO_3
- 190 mL etanol (95°)

La caracterización microestructural de los materiales se ha llevado a cabo mediante microscopías óptica y electrónica (SEM) (Figs. 4.1 y 4.2), estudiando las diferentes fases presentadas así como su forma y

distribución. Los análisis químicos se han realizado por EDS (espectrometría de energía dispersiva de rayos X).



Fig. 4.1. Estación metalográfica Leica.



Fig. 4.2. Microscopio electrónico de barrido JEOL SM-5600 (SEM) y EDS.

En la Tabla 4.1 se indican las características de los equipos utilizados para el estudio microscópico.

Tabla 4.1. Equipos utilizados para el estudio metalográfico.

Tipo de microscopía	Equipo
Óptica	<ul style="list-style-type: none">▪ Nikon Epiphot 200 (Programa análisis Pc-Image).▪ Leica MEF4M (Prog. análisis Leica)
Electrónica de barrido (SEM)	<ul style="list-style-type: none">▪ Scanning Microscope JSM-5600 JEOL, dotado de análisis EDS (espectrómetro de energía dispersada de rayos X), modelo Oxford ISIS L300

4.1.2. Análisis metalográfico cuantitativo

Se realiza el análisis de las imágenes captadas mediante un microscopio dotado de una cámara de video conectada a un PC. A estas imágenes se les realiza un tratamiento adecuado para binarizarlas, y poder llevar a cabo el análisis correspondiente con los programas Pc-Image y Leica.

El análisis de imagen es la técnica de estudio metalográfico cuantitativo que permite determinar el porcentaje de una fase, el porcentaje de fracción sólida, el tamaño y forma de grano y la fracción en volumen de segundas fases, así como la cuantificación de los defectos (porosidad) [Kla99]. Ello puede proporcionar información de cómo afectan la composición, el procesado y la microestructura a las propiedades.

En este trabajo se ha utilizado esta técnica para conocer la geometría (tamaño y forma) de las distintas fases en los distintos materiales, dimensionar el grano, caracterizar la forma y distribución de las partículas de refuerzo y evaluar la cantidad y geometría de los defectos (básicamente de la porosidad). Los parámetros analizados en cada caso son:

- *Área*: Es el número de píxeles de un objeto, incluida la frontera, multiplicado por el área de un píxel y convertido en unidades calibradas.
- *Longitud, L*: La máxima cuerda del objeto.
- *Anchura, A*: La proyección del objeto en un eje ortogonal a la longitud.
- *Factor de forma, FF*: Es un valor que evalúa la forma del objeto. De las diferentes posibilidades que ofrecen los programas se ha optado por uno relativamente simple, pero que describe perfectamente la forma, tanto del grano, como de las partículas de refuerzo analizadas o de la porosidad detectada. Así, se ha optado por un factor de forma que únicamente tiene en cuenta la relación longitud/anchura. Un valor igual a la unidad equivale a una forma equiaxial, y a medida que este valor se hace mayor indica una morfología más alargada.

$$FF = L/A \quad (4.1)$$

- *Radio equivalente, r*: Radio de un círculo cuya área es igual al área del objeto:

$$r = \sqrt{\frac{\text{Área}}{\pi}} \quad (4.2)$$

Para la caracterización del FF de los poros en el material A2124, con morfología generalmente elíptica o circular, se han utilizado los valores de los ejes principales (Fig. 4.3)

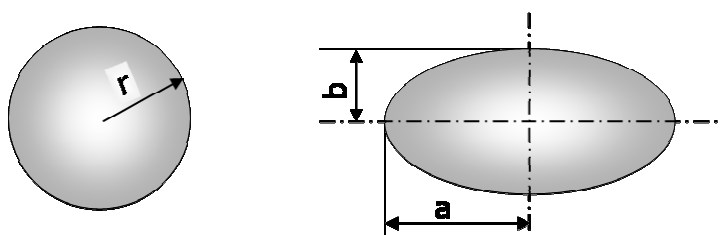


Fig. 4.3. Definición de parámetros geométricos de la porosidad en A2124.

Para el análisis de las dendritas se consideraron como parámetros la anchura, la longitud y la distancia entre brazos, DAS, definida como la distancia más corta entre los centros de las mismas (Fig. 5.33).

El material A21234/SiC/17p, obtenido por forja de un lingote conformado mediante técnicas de pulvimetalurgia, y en consecuencia microscópicamente anisótropo, se analizó microestructuralmente en diferentes direcciones y planos (Figs 4.4 y 4.5). La designación de los ejes principales se ha realizado según la norma ASTM E 1823-96: L (dirección principal de forja), LT (*long transverse*) y ST (*short transverse*).

Para realizar el estudio estadístico, en cada plano, y a intervalos regulares definidos por la diagonal de cada una de las caras del lingote, se extraen las probetas metalográficas tal como se describen en la Fig. 4.5. Se prepararon 6 probetas metalográficas de cada uno de los planos L-LT y LT-ST y 5 del plano L-ST.

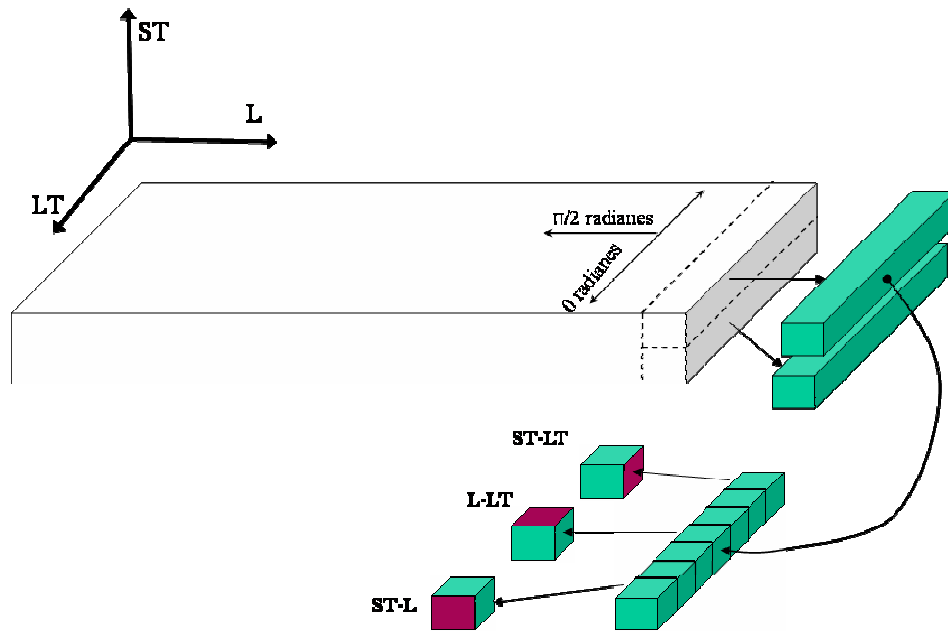


Fig. 4.4. Definición de direcciones y planos para un producto forjado.

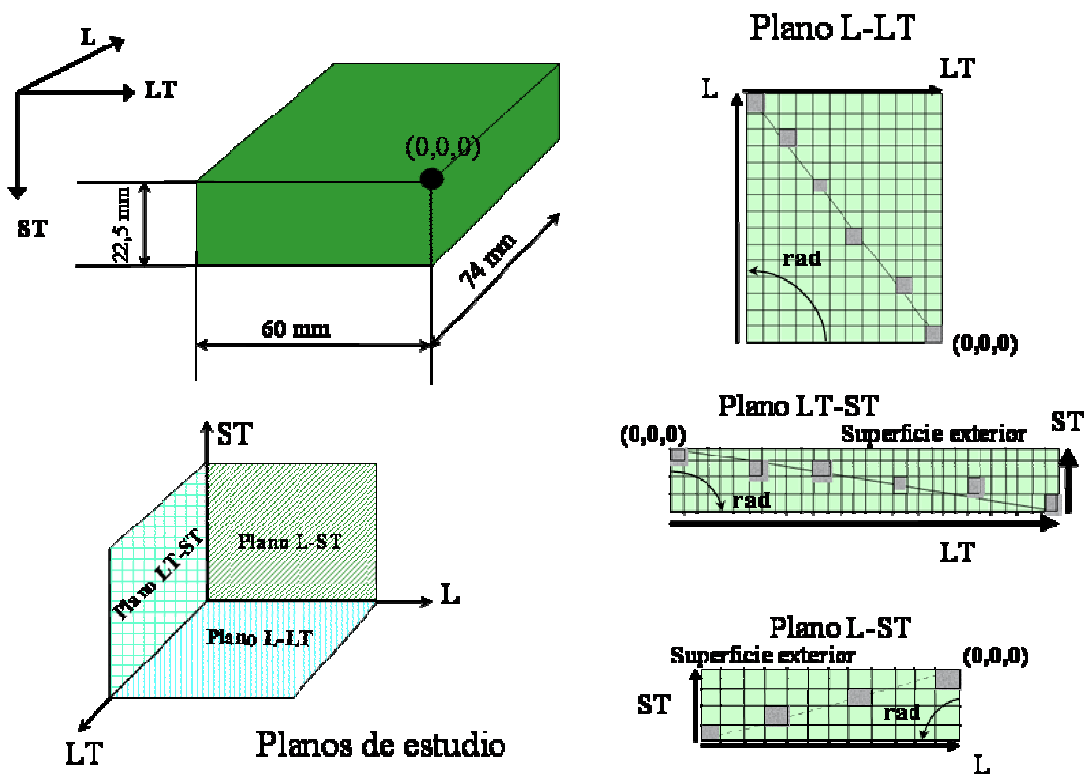


Fig. 4.5. Situación de las muestras seleccionadas para los estudios metalográficos del material A2124/SiC/17p.

4.2. REFUSIÓN DEL MATERIAL A359/SiC/20p

Con la finalidad de determinar la posible causa de la aparición de silicio primario en el material A359/SiC/20p, se procedió a la refusión de varias muestras del lingote inicial y del componente. Las muestras, de unos 160 g en cada ocasión, se llevaron a distintas temperaturas y se enfriaron en el mismo crisol.

Las temperaturas seleccionadas para la experimentación fueron de: 650 °C, 700 °C, 800 °C, 850 °C, 900 °C, 950°C y 1000 °C. El tiempo de permanencia del material a las temperaturas anteriores fue de unos 15 minutos en cada caso.

4.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Para la realización de los tratamientos térmicos se utilizaron dos hornos eléctricos de la marca HOBERSAL. Uno de tubo horizontal, modelo ST-11 PAD-DE (Fig. 4.6 a), a 220 V, con zona de caldeo de 200 mm, tubo de combustión de 50 mm de diámetro, y 2,2 kW de potencia, que proporciona una temperatura máxima de 1150 °C, con elementos de caldeo de hilo Kanthal. Este horno se utilizó para los ensayos preliminares y para la optimización de los tratamientos térmicos.

Un horno de mufla HOBERSAL, modelo HCV-125 (Fig. 4.6 b), con una cámara útil de 450x450x450 mm, y 40 kW de potencia, que proporciona una temperatura máxima de 1500 °C. Tiene incorporado un sistema de circulación forzada de aire para homogeneizar la temperatura en su interior y un sistema informático de control y de programación de rampas de calentamiento y/o enfriamiento. Este horno se utilizó para la optimización final de los tratamientos térmicos y para el tratamiento térmico de las probetas de tracción.

Ambos hornos están dotados de termopares tipo S y regulación de temperaturas P.I.D. a $\pm 1^\circ$ C. Las muestras se introducían horizontalmente sobre un portamuestras cerámico en la zona central

de los hornos, y sobre lecho de arena en el caso de las probetas de tracción. El enfriamiento, salvo indicación contraria, se realizó al aire.

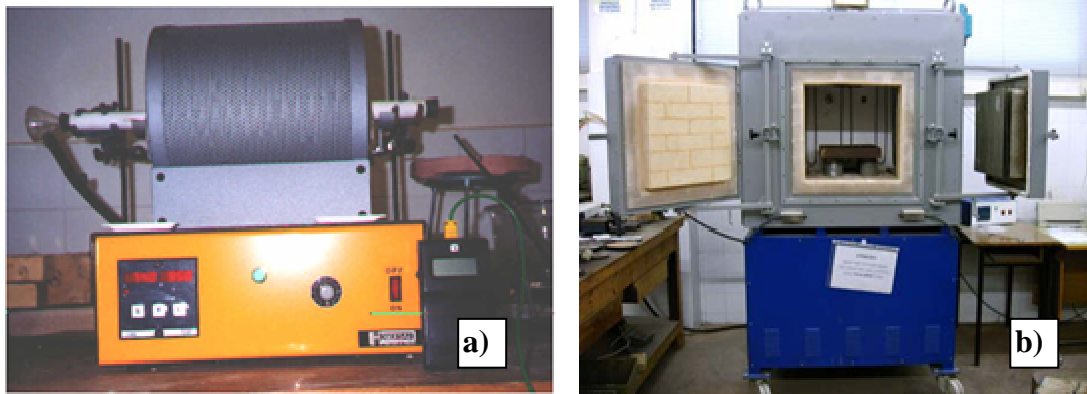


Fig. 4.6. Hornos eléctrico HOBERSAL: a) tubular y b) de mufla

Para poder determinar con precisión cual es la temperatura en la parte interior del horno tubular, en los 5 cm centrales, debe realizarse previamente la calibración del mismo. Para ello, se coloca un termopar en el interior y se leen simultáneamente las dos temperaturas, la interior medida por el termopar introducido y la indicada por el propio horno. Las lecturas se efectúan cuando el horno se estabiliza.

4.3.1. Procedimiento experimental

Los tratamientos a los que han sido sometidas las muestras de forja han sido de recocido en estado O1, de envejecimiento o maduración natural en estado T4, de envejecimiento artificial en los estados T6 y T651 y de sobre envejecimiento artificial en estado T7. Para los materiales de fundición los tratamientos han sido el estado F (bruto de colada), T6 y T7 (Tabla 4.2 y Fig. 4.7).

4. MÉTODOS EXPERIMENTALES

Tabla 4.2. Definición de tratamientos térmicos realizados [Ans00].

Estado	Definición
F	Bruto de fabricación
O	Recocido
O1	Tratamiento térmico a una temperatura y con una duración aproximadamente iguales a las requeridas para el tratamiento de solución, enfriando lentamente hasta la temperatura ambiente.
W	Tratamiento de solución
T4	Solución, temple y maduración natural
T6	Solución, temple y maduración artificial
T651	Solución, temple, eliminación de tensiones por tracción en una cantidad controlada y maduración artificial
T7	Solución, temple y sobremaduración artificial

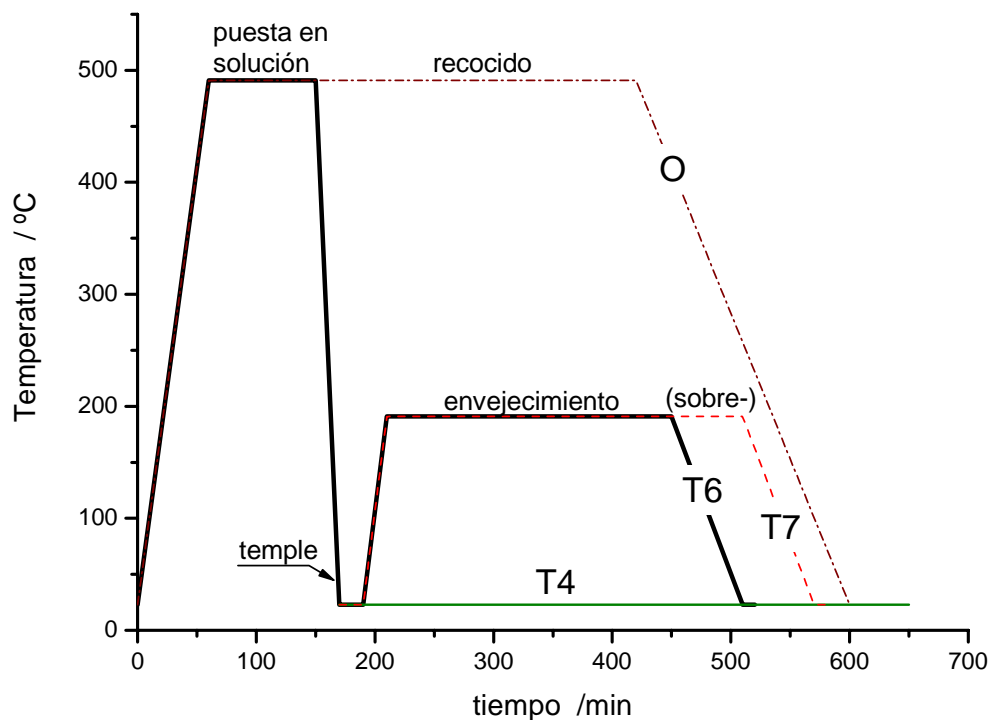


Fig. 4.7. Esquema de los diferentes tratamientos térmicos efectuados.

El tratamiento T6 consiste en una solubilización, temple en agua y envejecimiento a temperatura superior a la temperatura ambiente. Parámetros tales como el tiempo y la temperatura de calentamiento, especialmente durante la solubilización son críticos, en el sentido que altas temperaturas pueden producir una fusión parcial de la aleación y bajas temperaturas no ofrecen una completa disolución y homogeneización. Las temperaturas y los tiempos de permanencia a las mismas han sido variables diferentes para cada material.

Algunas probetas fueron sometidas a un alivio de tensiones, mediante una deformación en frío del 0,5% después del temple, y antes de realizar el envejecimiento (estado T651).

El tratamiento T4 consiste en una puesta en solución, temple y envejecimiento a temperatura ambiente

El tratamiento T7 consiste en un sobre-envejecimiento. Con este tratamiento se consigue tener los compuestos intermetálicos de equilibrio precipitados en el interior del grano de la fase α .

La aleación A2124 fue sometida a tratamientos térmicos de recocido a 491 °C durante 6 horas (estado O1) y de envejecimiento artificial a 191 °C durante 5 horas (estado T6).

Para el material A2124/SiC/17p se ha procedido a la realización de tratamientos térmicos con 5 temperaturas de puesta en solución (490 °C, 491 °C, 495 °C, 500 °C y 515 °C), 3 tiempos de permanencia a estas temperaturas (2 horas, 5 horas y 6 horas) y 5 temperaturas de envejecimiento natural (150 °C, 180 °C, 190 °C, 191 °C y 200 °C) (Fig. 4.8).

Los materiales de fundición (A359 y A359/SiC/20p), debido a la presencia abundante de porosidad y a la aparición de estalladuras en la puesta en solución durante los tratamientos T6 y T4, han sido relegados de este estudio, aceptando como parámetros óptimos de bonificado los facilitados por Duralcan y por el Centro Recherche FIAT en el desarrollo del proyecto MISPOM: puesta en solución a 538 °C

durante 12 horas, temple en agua y 5 horas a la temperatura de 154 °C.

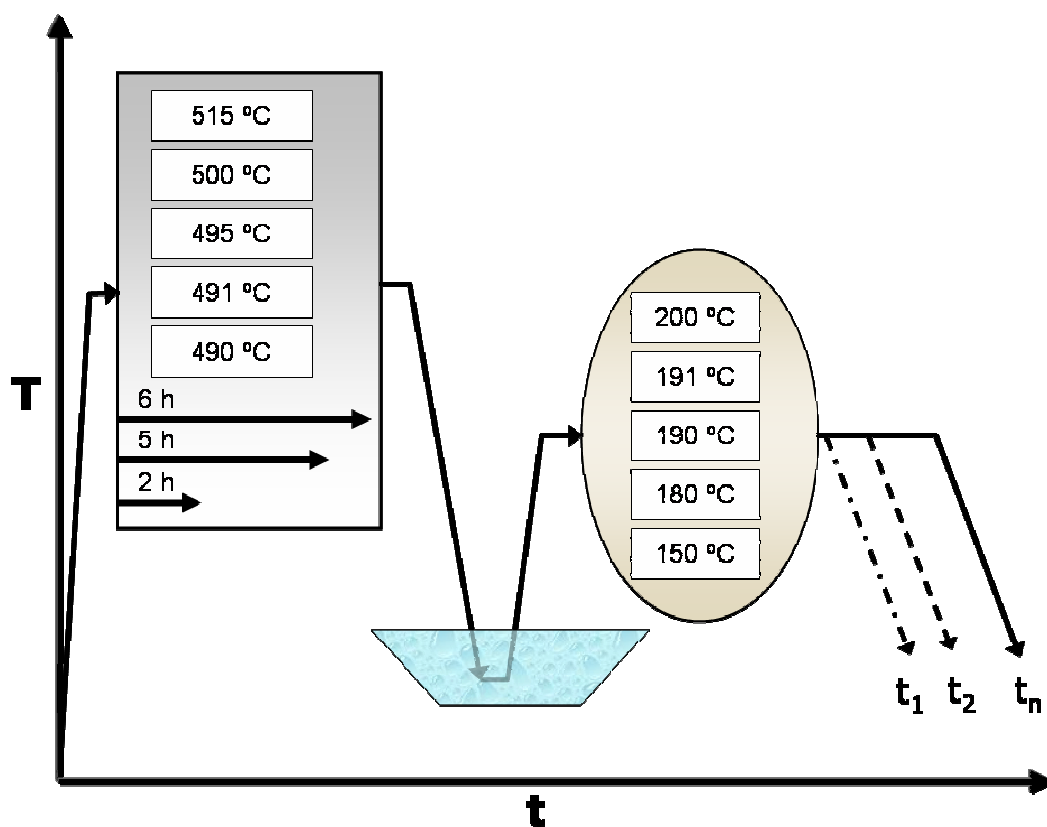


Fig. 4.8. Esquema de los tratamientos térmicos efectuados al material A2124/SiC/17p.

4.4. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

Se han realizado estudios de caracterización mecánica de los distintos materiales con distintos tratamientos y a diferentes temperaturas. Estos estudios consistieron en la realización de ensayos de tracción y de dureza.

4.4.1. Ensayos de tracción

4.4.1.1. Preparación de las probetas de tracción

Para el ensayo de los materiales se han mecanizado probetas cilíndricas de cabeza roscada según la norma EADS IGC 04.21.111 (Fig. 4.9 y Tabla 4.3). Esta norma comprende las normas ASTM E8M y UNE EN 10002-1, siendo más restrictiva en las tolerancias y acabados. En función de las dimensiones posibles del material y/o del componente, se mecanizaron probetas M4 ó M6, correspondientes respectivamente a los tipos ST1 y ST2 de la Tabla 4.3, con longitudes calibradas L_o de 15 mm y de 20 mm respectivamente.

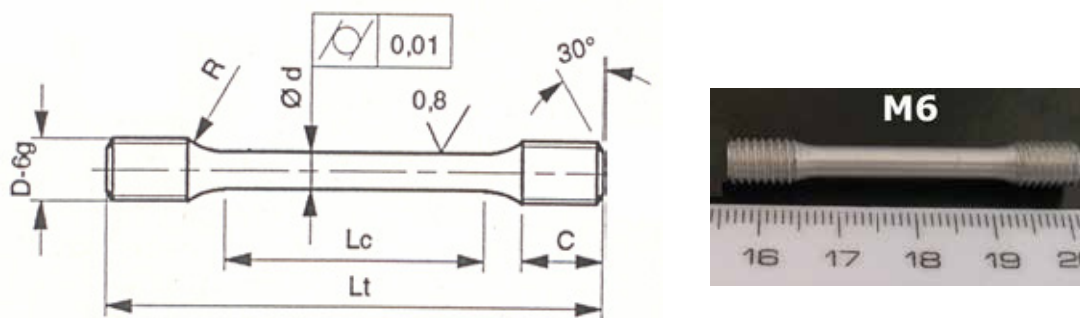


Fig. 4.9 Geometría de las probetas de tracción.

Tabla 4.3. Dimensiones de las probetas de tracción.

Tipo probeta	Designación	Lt	d	D	R [mm]	C [mm]	Lc [mm]	Lo [mm]
ST1	M4	32	3	M 4 x 70	3	5	19	15
ST2	M6	45	4	M 6 x 100	8	7,5	22	20
Tolerancia general: JS 12								
Tolerancia de forma: IT 9								

Las probetas de los materiales compuestos se mecanizaron según las siguientes etapas (Fig. 4.10):

1. Fabricación de cilindros mediante electroerosión a partir de los materiales suministrados por las diferentes empresas.
2. Mecanizado de los cilindros, hasta obtener la forma y geometría requerida, mediante herramientas de diamante y de nitruro de boro cúbico (NBC).

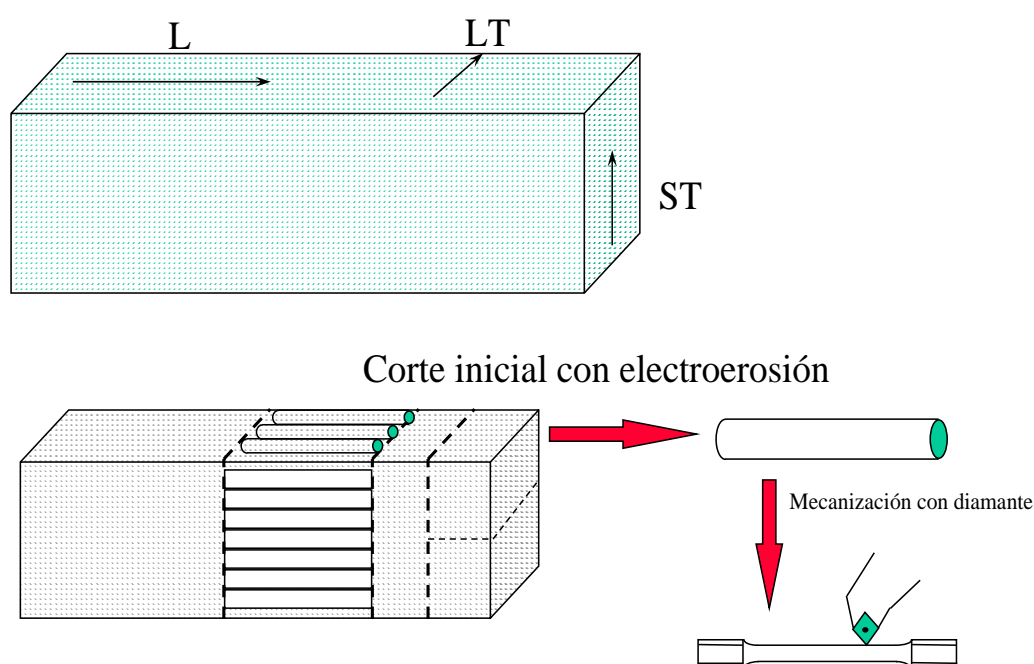


Fig. 4.10. Esquema del proceso de mecanizado de las probetas de tracción.

Para los materiales de fundición se extrajeron las probetas a lo largo de los lingotes suministrados, teniendo como referencia de exclusión las imágenes radiográficas facilitadas por TEKSID, con la finalidad de evitar regiones con mayor presencia de defectos.

Para los materiales de forja se mecanizaron probetas a lo largo de las direcciones principales (Fig. 4.11).

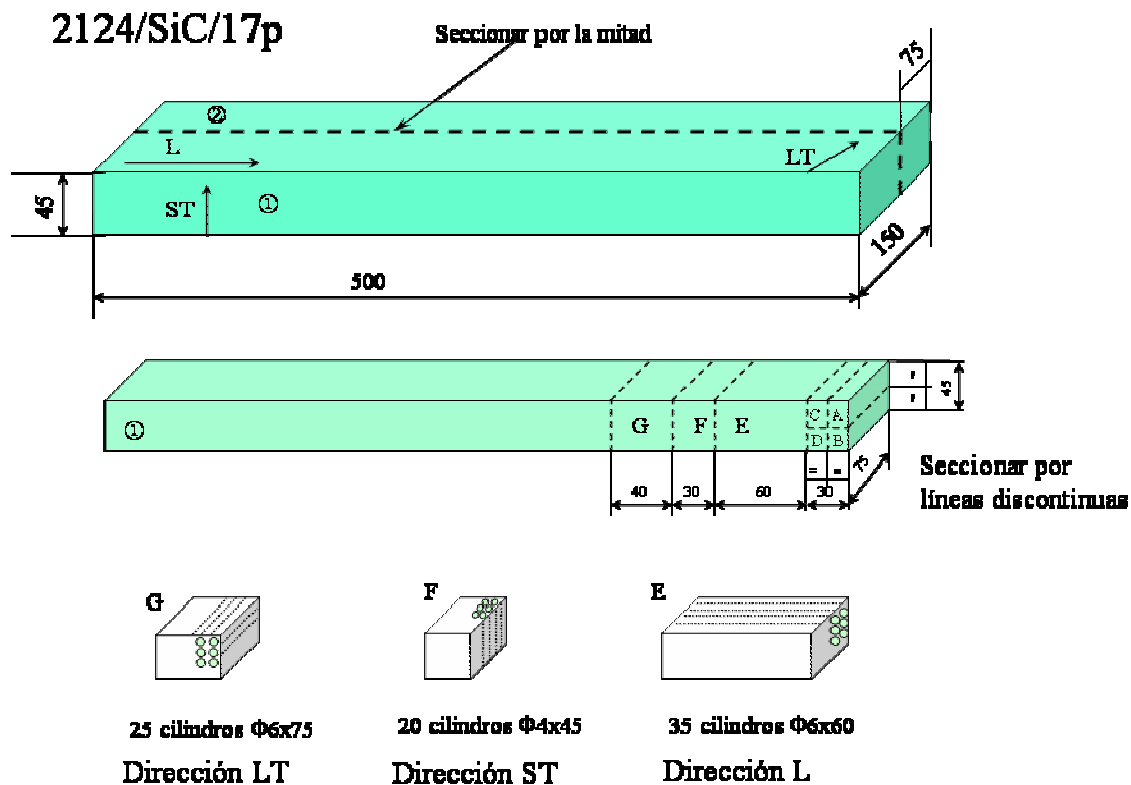


Fig. 4.11. Esquema de extracción de probetas para los ensayos de tracción de los materiales de forja.

4.4.1.2. Procedimiento para los ensayos de tracción

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina ZWICK Z100/TL3S de 10 kN de capacidad y provista de extensometría Zwick 066550.02 (Fig. 4.12). La máquina está equipada con cámara climática que permite la realización de ensayos desde -75 °C hasta +250 °C. Todos los ensayos se efectuaron con ajuste de velocidad de deformación de $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y la medida de la deformación se realizó con extensometría en todos los casos.

Los ensayos se ejecutaron según la norma EN 10002-1 para los efectuados a temperatura ambiente, y según la norma EN 10002-5 para los ensayos a otras temperaturas (100 °C, 150 °C y 200 °C) .



Fig. 4.12. Máquina ZWICK Z100/TL3S

El análisis de los datos se efectuó según especificaciones de las normas ASTM E8 y EN 10002-1 y EN 10002-5 correspondientes.

Para poder efectuar el análisis del comportamiento plástico es preciso, primero, transformar las gráficas de tracción obtenidas directamente de los archivos generados por el software de la máquina de tracción, y transformar el diagrama ingenieril *esfuerzo de tracción S –deformación e* en gráficas de *verdadera tensión σ – verdadera deformación ε* (Fig. 4.13). Ambos términos son equivalentes y, si asumimos la conservación de volumen en todo el proceso (sección inicial x longitud inicial = sección final x longitud final), podemos establecer, hasta el punto de resistencia máxima, las siguientes relaciones de transformación [Die86]:

$$\sigma_i = \frac{F_i}{A_i} = S(1 + e) \quad (4.3)$$

$$\varepsilon = \ln \frac{L_i}{L} = \ln(1 + e) \quad (4.4)$$

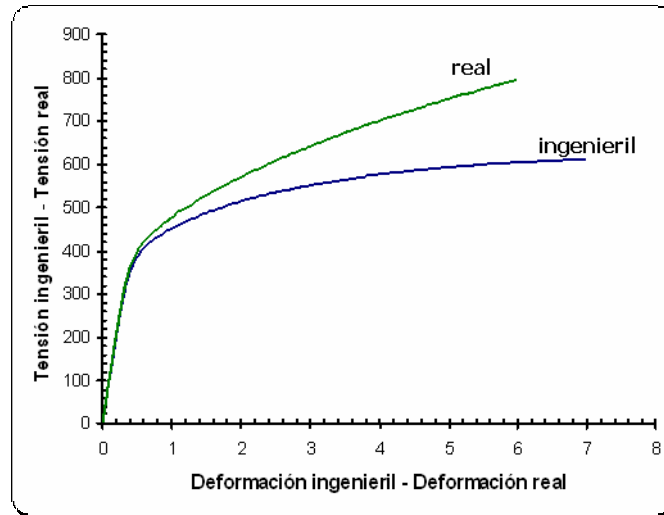


Fig. 4.13. Diagramas tensión – deformación real y de ingeniería

El comportamiento plástico se analizó asumiendo un comportamiento global de Ramberg-Osgood (ecuación 4.5) para las deformaciones y, por tanto, de Ludwik-Hollomon (ecuación 4.6) para las deformaciones plásticas (Fig. 4.14).

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} \Big|_{\varepsilon_{el}} + \alpha \left(\frac{\sigma_0}{E} \right) \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n \Big|_{\varepsilon_{plas}} \quad (4.5)$$

$$\sigma = K \varepsilon_{plas}^n \quad (4.6)$$

En estas ecuaciones **n** es el exponente de endurecimiento por deformación. Las aleaciones de aluminio muestran una variación de flujo que evoluciona con las deformaciones, pudiéndose determinar dos exponentes de endurecimiento, uno para bajas deformaciones, n_1 , y otro para deformaciones elevadas, n_2 .

Los valores de endurecimiento (exponente de endurecimiento por deformación y flujo plástico) se determinaron según ASTM E646.

El parámetro **n** se relaciona con la velocidad de endurecimiento por deformación, o flujo plástico, $d\sigma/d\varepsilon$ (ecuación 4.7).

$$n = \frac{\varepsilon}{\sigma} \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (4.7)$$

El exponente de endurecimiento por deformación también constituye una medida de la máxima deformación uniforme de una probeta o componente antes de que se produzca una inestabilidad en la tensión o deformación localizada [Die86], y representa la máxima deformación práctica en aplicaciones de ingeniería (criterio de Considère).

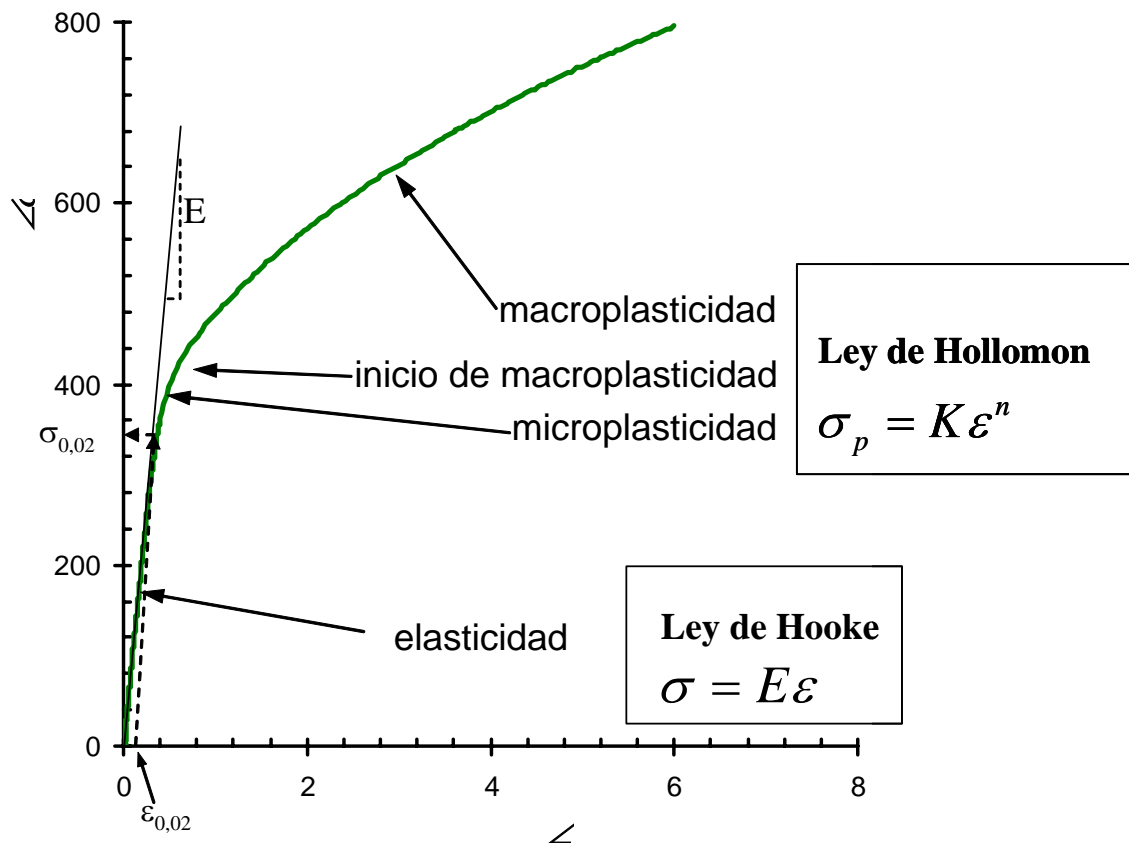


Fig. 4.14. Regiones de deformación elástica y plástica en el diagrama real de tensiones y deformaciones.

4.4.2. Ensayos de dureza

4.4.2.1. Ensayos de dureza Brinell (HB)

Los ensayos han sido realizados según norma UNE-EN ISO 6506-1. El equipo utilizado para realizar estos ensayos fueron un durómetro universal marca Metrocom, modelo RC-MP, así como un durómetro universal EMCO (Fig. 4.15). La carga utilizada ha sido en todos los

casos de 62,5 kp y el \varnothing del penetrador ha sido de 2,5 mm, con un tiempo de aplicación de 30 segundos.



Fig. 4.15. Durómetro EMCO

4.4.2.2. Ensayos de dureza Vickers (HV)

El ensayo de microdureza Vickers (normas ASTM 384-89 y UNE-EN ISO 6507-2), emplea, como cuerpo penetrador, un diamante con forma de pirámide equilátera con ángulo diedro de 136° , el cual es presionado sobre el material bajo una determinada carga (valores entre 25 y 1000 gramos-fuerza), definiéndose la dureza Vickers (HV) como el cociente de la carga, F (N), y el área superficial, A (mm^2), de la huella permanente dejada por el penetrador, una vez retirada la carga. El área se determina a partir de la medición por microscopia óptica de las diagonales de la huella ($A = d^2/2 \text{ sen } 68^\circ$), calculándose la dureza mediante la expresión:

$$HV = \frac{F}{A} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (4.8)$$

La dureza Vickers HV ha de considerarse como una dureza plástica ya que se ha determinado a partir de la huella permanente o residual, es decir sobre la deformación plástica, obtenida en la superficie del material después de la penetración [Pic00]. La Ecuación 4.3 supone que la huella permanente mantiene exactamente la misma geometría que la punta de penetrador Vickers que la ha creado. Esta hipótesis no supone un excesivo error cuando la carga aplicada es relativamente grande (por encima de 10 N) y cuando los materiales medidos sean poco elásticos. En otros casos, debido a fenómenos de fluencia plástica y elástica de los materiales, la huella residual sufre pequeñas deformaciones en comparación con la geometría del penetrador.

Los ensayos de dureza Vickers se han realizado sobre las muestras tratadas térmicamente, las cuales se han pulido hasta un acabado especular con pasta de diamante de 1 μm .

La realización de los ensayos se ha llevado a cabo mediante un microdurómetro marca Shimadzu, provisto de un penetrador Vickers, utilizando una carga de 200 gramos-fuerza con un tiempo de aplicación de 15 segundos, pues el espesor se encuentra entre 1 y 3 mm.

4.4.2.3. Ensayos de ultramicrodureza

Para la determinación de la Dureza Universal, así como para realizar el estudio de las propiedades elasto-plásticas del material, se ha utilizado un ultramicrodurómetro Fischerscope H100, el cual consta de un cabezal de medida que dispone de un indentador Vickers y de un sistema de medición de distancia para la determinación de la profundidad de penetración (con un error de 2 nm).

El equipo está controlado por un ordenador con el software correspondiente, pudiendo trabajar con valores de carga aplicada desde 0,4 mN hasta 1000 mN, siendo la velocidad de aproximación del cabezal sobre la muestra de 1 $\mu\text{m/s}$. Estos ensayos se rigen de acuerdo con la norma ISO VDI/VDE 2616.

El sistema de medida consta de las siguientes etapas: inicialmente se aproxima el extremo del penetrador Vickers hasta la superficie de la muestra, a una velocidad controlada hasta que detecta el instante inicial de contacto; a partir de este punto se aplican fuerzas de intensidad creciente haciendo entrar el penetrador dentro de la superficie de la muestra. Simultáneamente, se mide la profundidad de penetración del extremo del penetrador, tomando como referencia su posición en el instante inicial de contacto. Finalmente, se retira de forma gradual la carga aplicada, controlando la recuperación de la deformación producida en el material.

En la Fig. 4.16 se muestra el equipo empleado, en el que el penetrador está sujetado con fijaciones elásticas a un eje móvil, el cual se desplaza verticalmente accionado por un elemento piezoeléctrico. Dos transductores de desplazamiento, de tipo inductivo, miden la posición del penetrador respecto a la muestra y respecto al eje móvil. En el momento de contacto, la señal obtenida por el primer transductor sirve para medir la penetración del penetrador en la superficie de la muestra, mientras que la señal obtenida por el segundo transductor sirve para medir la fuerza que hace el penetrador sobre la muestra. En el momento inicial de contacto la fuerza inicial medida es de 0,02 mN. Este equipo requiere trabajar sobre un sistema antivibratorio, de lo contrario las vibraciones harían inviable la medida de las fuerzas y de las posiciones con la resolución necesaria.



Fig. 4.16. Ultramicrodurómetro Fischerscope H100.

Se realizaron ensayos sobre las muestras tratadas y sin tratar con las mismas cargas (20 mN), aplicada de manera progresiva con incrementos de 1 mN. Se realizaron 20 indentaciones para obtener un valor estadístico medio.

Además de la ventaja de poder obtener valores de las características elasto-plásticas del material, la utilización del ultramicrodurómetro permite la aplicación de valores de carga mucho menores (desde 0,4 mN hasta 1000 mN) en comparación con los microdurómetros convencionales, lo cual posibilita la realización de indentaciones de muy poca profundidad y tamaño y permite estudiar las propiedades de una determinada fase presente en un material multifásico.

- **Dureza Universal (HU)**

La denominada Dureza Universal (HU) o dureza bajo carga HVL ("Hardness Vickers Under Load") es un método relativamente nuevo, basado en la determinación de la dureza a partir de la relación entre la carga aplicada y el área superficial de la huella obtenida bajo una fuerza activa, es decir, mientras se está aplicando la carga, con lo cual la huella incluye, conjuntamente con la deformación plástica, la deformación elástica. La dureza se determina en una situación en la que la carga aplicada y la resistencia opuesta por el material alcanzan el estado de equilibrio, cumpliéndose así correctamente con la definición de dureza mecánica [Pic00].

En este ensayo se emplea como cuerpo penetrador una pirámide Vickers, determinándose el área de la huella a partir de la profundidad de penetración h , alcanzada bajo la carga activa F . Teniendo en cuenta la geometría de la pirámide se puede obtener una relación entre el área y la profundidad y así calcular la dureza según la expresión:

$$HU = \frac{F}{A} = \frac{F}{26,43 \cdot h^2} = N \cdot mm^{-2} \quad (4.9)$$

La Dureza Universal se expresa en N mm^{-2} para distinguirla de la Dureza Vickers, ya que los valores numéricos de ambos métodos pueden diferir notablemente. La designación Dureza Universal se ha elegido debido a que este método puede ser aplicado sobre cualquier tipo de material (metales, plásticos o cerámicos).

En general, la diferencia entre la Dureza Vickers convencional (HV) y la Dureza Universal (HU) es función de la magnitud de la componente elástica de la deformación total, la cual depende del módulo de elasticidad y del límite elástico del material ensayado. Por otra parte, este segundo método trabaja con cargas aplicadas mucho más pequeñas (mN), con lo cual la dureza corresponde a un volumen de material más reducido, por lo que toman importancia los fenómenos de superficie: tensiones superficiales, rugosidad, homogeneidad de las fases presentes, etc.

Por tanto, es imposible establecer una fórmula general de conversión entre ambos métodos, y la única posibilidad es la comparación entre los resultados empíricos obtenidos, para un material determinado y para unas condiciones de ensayo específicas.

A partir de la medición constante del recorrido de penetración y de la carga efectiva aplicada durante el ensayo, desde cero hasta la carga nominal máxima seguido del proceso de descarga, se puede obtener una gráfica profundidad-carga aplicada, la cual proporciona información adicional sobre el comportamiento elástico-plástico del material (Fig. 4.17). Los parámetros de esta gráfica son: profundidad total de penetración h_{total} , profundidad de huella h_r , profundidad de penetración media $h_{r'}$, energía elástica o recuperación elástica W_e , energía plástica o deformación permanente W_r y energía total de la carga W_{total} .

El área existente entre las curvas correspondientes al proceso de carga (A-B) y de descarga (B-C-A) representa el trabajo mecánico consumido para la deformación plástica, y representa la energía remanente en el material después del ensayo (W_r); W_e es la energía liberada en el proceso de recuperación elástica que experimenta el material durante la de reducción de carga (curva de descarga). En

general, la relación entre W_r / W_t es una constante característica de cada material.

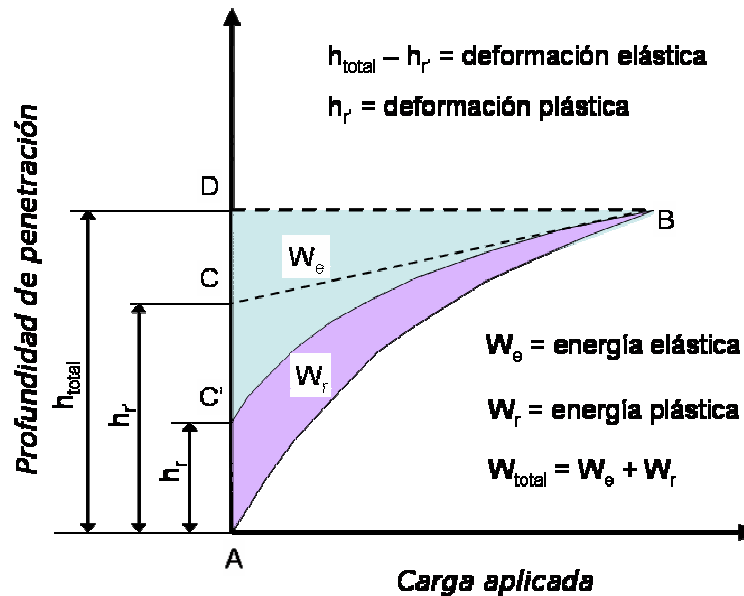


Fig. 4.17. Curva profundidad de penetración-carga aplicada para un ensayo dinámico de indentación [Pic00].

La forma de la curva "profundidad de penetración-incremento de carga" viene determinada por las propiedades plásticas y elásticas del material. Sin embargo, la forma de la curva "profundidad de penetración-disminución de carga" está determinada principalmente por las propiedades elásticas del material, por lo que de estos datos se pueden obtener conclusiones sobre dichas propiedades, lo que permite realizar un cálculo aproximado del Módulo Elástico o Módulo de Young para el estado de tensión plana.

En el proceso de reducción de carga (descarga), la relación carga/profundidad no es lineal, es decir, el área de contacto del penetrador con la muestra no es constante durante la reducción de carga. La profundidad de la punta del penetrador en el proceso de retirada de la carga varía en mayor proporción que el tamaño del área proyectada por el penetrador (longitud de la diagonal).

Para la mayoría de materiales, la curva "profundidad-carga" en el proceso de descarga es esencialmente lineal para el valor máximo de carga del ensayo. En este caso el área de contacto

penetrador/muestra es constante. En los estados iniciales de reducción de carga, la gráfica de "profundidad de penetración" puede ser explicada por la "teoría elástica del punzón plano" planteada por Sneddon [Sne65]. Según esta teoría, para el proceso de penetración de una forma axisimétrica y rígida en un cuerpo elástico y semi-infinito, Sneddon propone la siguiente expresión:

$$P = \frac{2E}{(1-\nu^2)} \cdot r \cdot f \quad (4.10)$$

donde P es la carga aplicada; r el radio del punzón; E el Módulo Elástico (Módulo de Young); ν el coeficiente de Poisson; y f una variable que depende de la forma de la huella.

Para un punzón cilíndrico plano, la Ecuación 4.10 puede aproximarse a la ecuación,

$$P = \frac{2E}{(1-\nu^2)} \cdot r \cdot h_e \quad (4.11)$$

donde h_e es la profundidad de penetración del punzón en el cuerpo semi-infinito. Asumiendo que esta relación es también aplicable para materiales elastoplásticos y para penetradores de forma piramidal, como plantea el modelo de Loubet [Loub86], el área circular del punzón cilíndrico se puede igualar con el área proyectada por el penetrador piramidal, siendo el área de contacto en la carga máxima del ensayo la correspondiente a la deformación plástica.

El modelo de Loubet descompone la deformación elastoplástica en dos componentes separadas: la deformación plástica y la elástica. En la Fig. 4.18c se representa la deformación real del material penetrado por un indentador Vickers, mientras que las figuras 4.18a y 4.18b representan el desdoblamiento de la deformación puramente plástica y puramente elástica. En la Fig. 4.18c el círculo que rodea la parte inferior de la punta del penetrador corresponde a la zona del material afectada por la deformación plástica, y el modelo de Loubet supone que esta zona no presenta ninguna alteración durante el proceso de

descarga y por esto, en la Fig. 4.18a, la zona plástica está representada con las mismas dimensiones. Entonces, la deformación plástica permanente está caracterizada por la profundidad h_p (profundidad de penetración plástica). Por otra parte, la penetración elástica se ha representado en la Fig. 4.18c considerando que toda la deformación elástica, caracterizada por h_e (profundidad de recuperación elástica), se produce en la zona de recuperación existente en la periferia del área de contacto del penetrador. Si se substituye el penetrador piramidal por un hipotético penetrador plano (Fig. 4.18b), con una área de la base de igual magnitud al área de contacto plástica proyectada sobre el plano horizontal, entonces el modelo considera que durante la descarga del penetrador piramidal tiene lugar exclusivamente la recuperación elástica ocasionada por la descarga del penetrador plano equivalente.

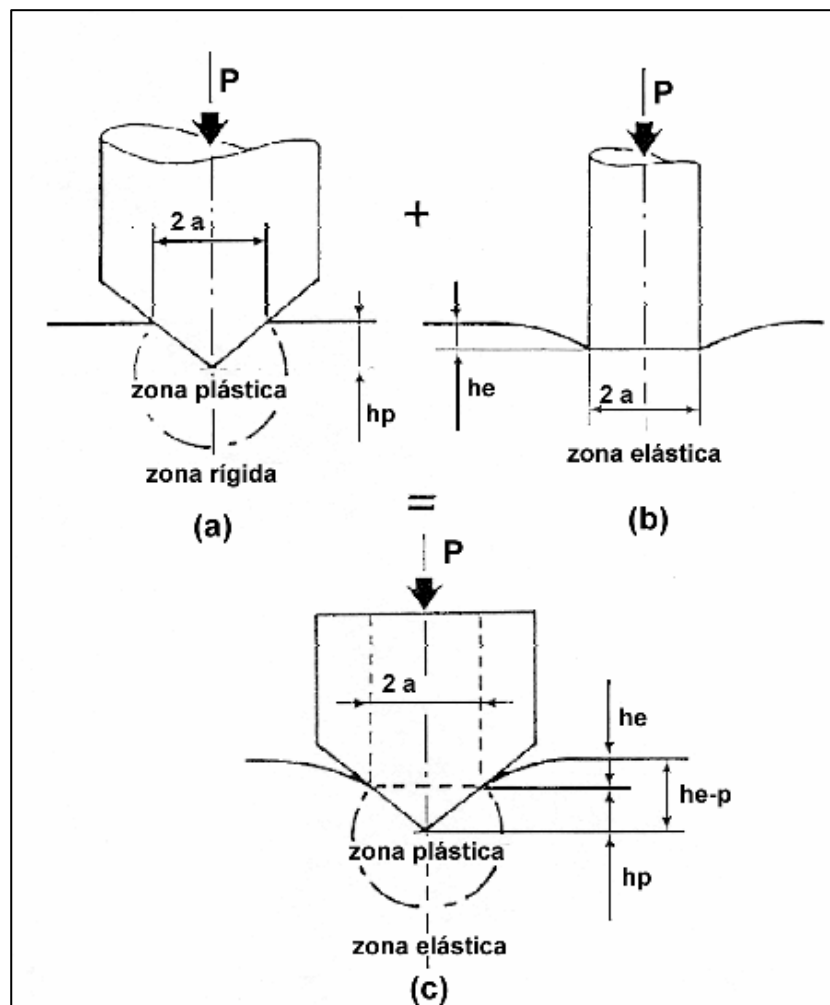


Fig. 4.18. Correspondencia entre el área de un punzón cilíndrico y un penetrador piramidal [Loub86].

El área circular del punzón cilíndrico del modelo de Sneddon se puede igualar con el área de la huella de un penetrador piramidal, con lo cual, el área de contacto producida por la penetración elástica deberá ser:

$$\pi \cdot r^2 = \frac{D^2}{2} \rightarrow r = \frac{D}{(2 \cdot \pi)^{1/2}} \quad (4.12)$$

siendo D la diagonal de la huella Vickers. Por otra parte, aplicando la teoría del punzón plano, h_e puede calcularse como:

$$h_e = h_t - h_r' \quad (4.13)$$

donde h_r' se obtiene trazando una tangente a la curva profundidad/disminución de carga para el valor máximo de carga (ver Fig. 4.17).

Por tanto, el Módulo de Young podrá determinarse a partir de la expresión:

$$\frac{E}{1-\nu^2} = \frac{P_{\max} \cdot (2\pi)^{1/2}}{2D(h_t - h_r')} \quad (4.14)$$

Finalmente, asumiendo la validez de las teorías anteriormente utilizadas para el cálculo del Módulo de Elasticidad, el análisis de la curva "profundidad/carga aplicada" permite también determinar la denominada Dureza Plástica, la determinación de la cual se realiza considerando la profundidad h_r' conjuntamente con la máxima carga aplicada.

Los valores de Dureza Plástica (H_{plas}) se aproximarán mucho más a los de Dureza Vickers tradicional (HV), en comparación con los valores de Dureza Universal (HU), especialmente en aquellos materiales que presenten una gran componente elástica W_e .

4.4.3. Ensayos de fatiga

Los ensayos de fatiga fueron realizados en el *Erich Schmid Institute of Materials Science* (Leoben, Austria), en la *Defence Evaluation and Research Agency* (Farnborough, Reino Unido) y en la *National University of Ireland-Galway* (Galway, Irlanda).

4.4.3.1. Probetas de fatiga

Los ensayos para la determinación de las gráficas S-N de los distintos materiales se realizaron según la norma ASTM E466-96, en máquina de resonancia y con una frecuencia nominal de ensayo de 100 Hz. Los ensayos se desarrollaron para una amplitud media de tensiones diferente a 0 ($R \neq -1$) y se efectuaron con probetas mecanizadas, según norma EADS, de diámetro 4 mm (Fig. 4.19).

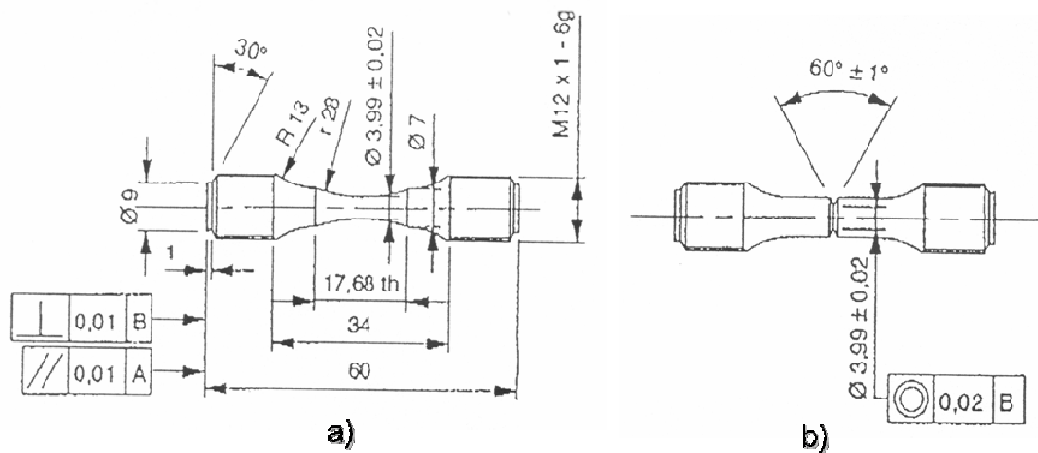


Fig. 4.19. Probetas de fatiga, según lámina 13010 de EADS, para una K_t de: a) 1,035 y b) 1,3

Igualmente se realizaron ensayos para determinar la energía específica de fractura y obtener las curvas-R correspondientes. También se ensayaron probetas prismáticas mecanizadas con entalla, obtenidas mediante electroerosión, para simular condiciones de servicio más reales (Fig. 4.20) y analizar los mecanismos de propagación de grietas en condiciones de tensiones mixtas.

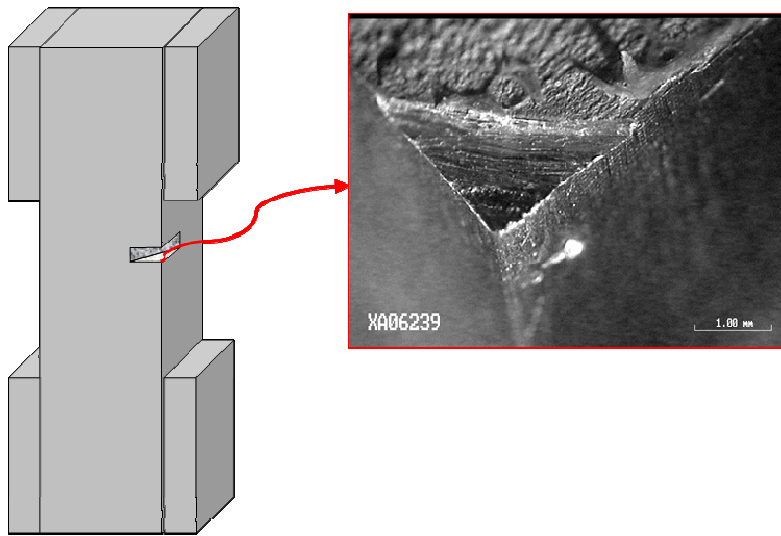


Fig. 4.20. Probeta prismática de fatiga, entallada mediante electroerosión.

4.4.3.2. Análisis de los datos de los ensayos de fatiga

El diseño de componentes bajo el criterio de diseño a vida infinita, conocido actualmente como *enfoque clásico* o *método clásico* [Sur98] se fundamenta en el control de la nucleación de las grietas de fatiga (criterio de no fisuración), siendo su herramienta de diseño fundamental las gráficas S-N.

Las gráficas S-N se determinan para diferentes amplitudes de tensiones, a temperatura ambiente y para una fiabilidad del 50 %, y nos sirven para determinar el límite de fatiga para los distintos materiales, en probetas sin defectos iniciales (diseño a vida infinita).

Bajo este enfoque es necesario analizar el comportamiento en el régimen de bajo número de ciclos (Fig. 4.21), en el que las tensiones pueden superar el límite elástico del material y en consecuencia se puede tener deformación plástica generalizada, y en el régimen de elevado número de ciclos, de deformación elástica generalizada en el componente.

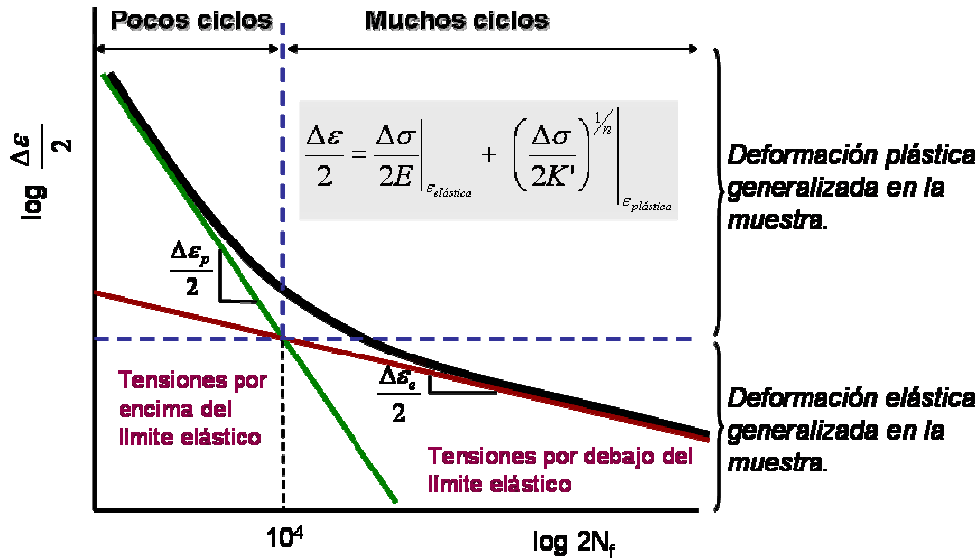


Fig. 4.21. Gráfica de amplitud de deformaciones frente a la vida a fatiga, con indicación de las regiones de fatiga a elevado número de ciclos y a bajo número de ciclos.

El diseño moderno de componentes a fatiga se fundamenta en el control de la propagación de las grietas (criterio de fractura total o de vida finita) [Sur98]. La propagación – no propagación de grietas se analiza mediante la determinación de las curvas-R (Fig. 4.22) en probetas pre-fisuradas. El análisis de estas gráficas nos proporciona un valor de ΔK_{th} para la propagación estable de grietas, $\Delta K_{th\ ef}$, superior generalmente al ΔK_{th} estimado inicialmente.

El estudio de la velocidad de crecimiento de grietas nos proporciona las gráficas de propagación (Fig. 4.23). La formulación de la misma en la región central (etapa de crecimiento estable) determina la ecuación de Paris, y el inicio de la propagación de grietas proporciona el valor umbral de la amplitud de intensidad de tensiones, ΔK_{th} .

Este fenómeno tiene su fundamento en el hecho de que las tensiones que originan obertura de grieta son las de tracción, y de que existen fenómenos de cierre de grietas, como la rugosidad de las superficies de grieta, que provoca que, aún bajo la aplicación de tensiones nominales de tracción, existan tensiones de compresión por el contacto de las superficies de fractura para los valores bajos de tensiones (Fig. 4.24) [JZW02].

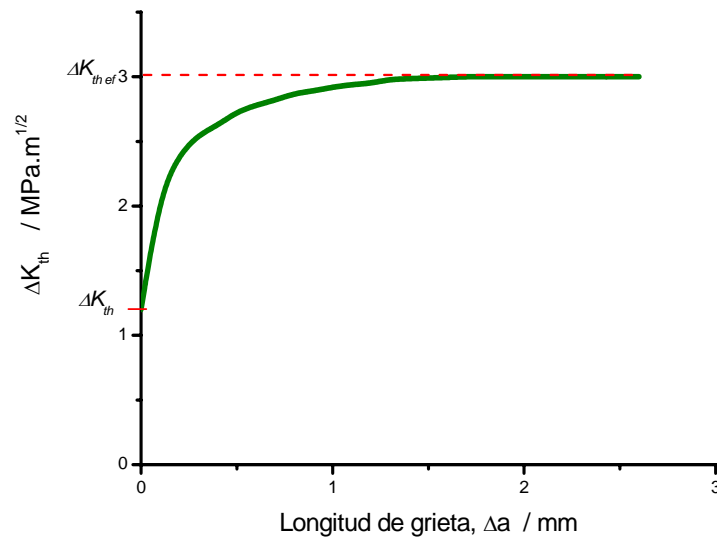


Fig. 4.22. Obertura de grieta en función de la amplitud de intensidad de tensiones

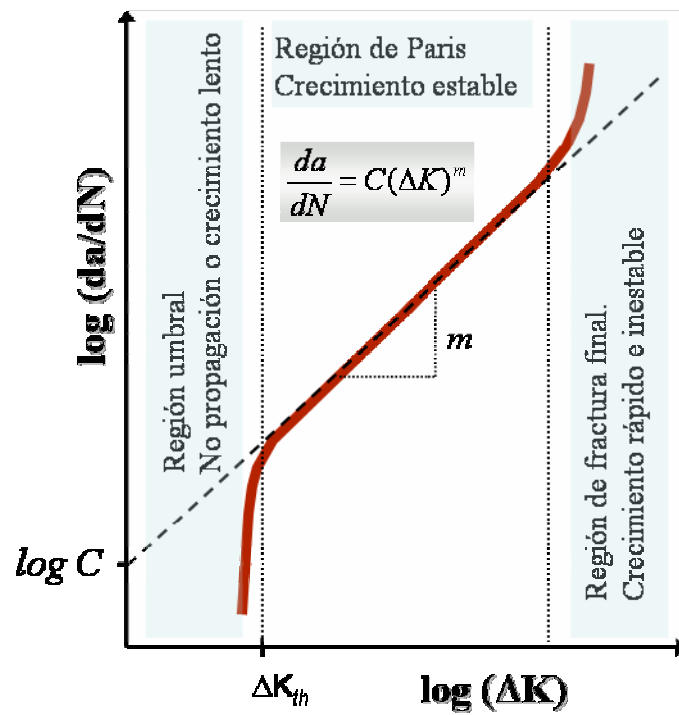


Fig. 4.23. Velocidad de crecimiento de grieta en función de la amplitud de tensiones.

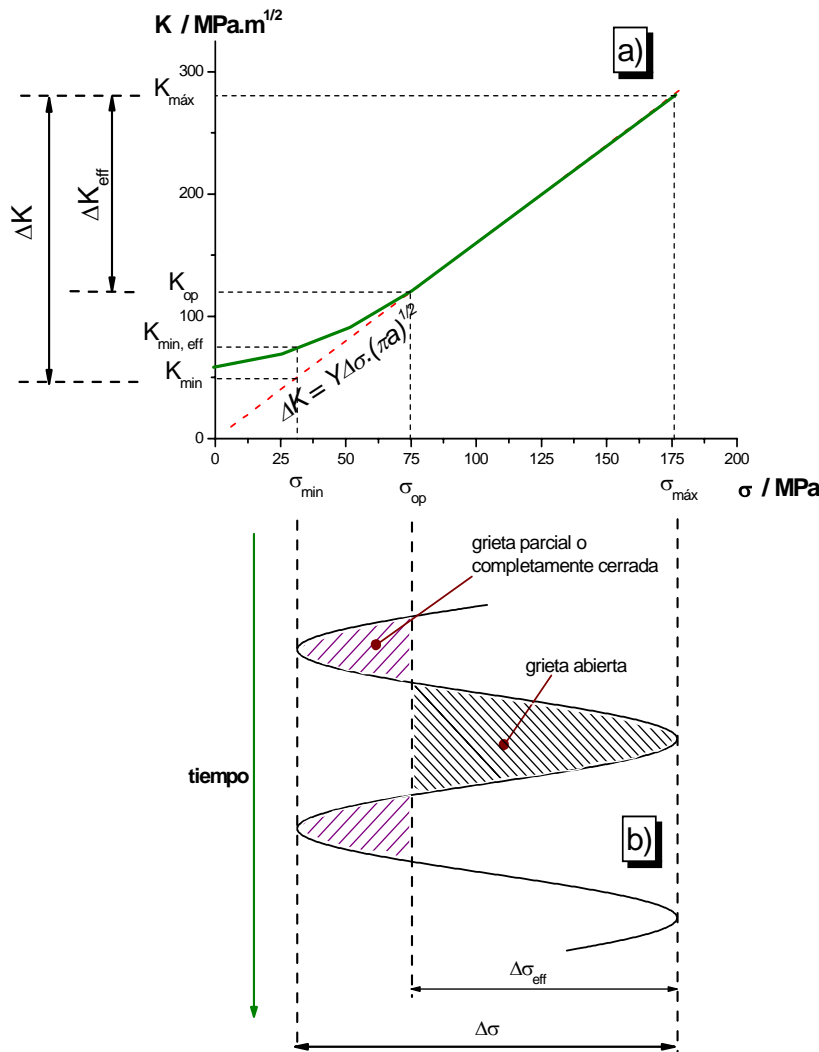


Fig. 4.24. Principio de cierre de grieta: a) variación de ΔK con la tensión aplicada y su modificación con las fuerzas de cierre de grieta, originando una tensión de apertura de grieta resultante σ_{op} ; b) gráfica anterior en función del tiempo.

La consideración de la existencia de defectos, y su influencia en la propagación de grietas, conduce a la elaboración de los diagramas de Kitagawa-Takahashi, el principio de los cuales es que existe una longitud crítica de defecto, l_o , por debajo de la cual las grietas o defectos pre-existentes no afectan la vida a fatiga y, en consecuencia:

$$\Delta\sigma_{th} = \Delta\sigma_e \quad \text{para } a < l_o \quad (4.15)$$

Para grietas de tamaño superior a l_o es necesario aplicar los principios de la mecánica de la fractura elástica lineal (MFEL):

$$\Delta\sigma_{th} = \frac{\Delta K_{th}}{\sqrt{\pi a}} \quad \text{para } a > l_o \quad (4.16)$$

La transición entre ambas situaciones no es abrupta, produciéndose una evolución suave entre la región de grietas pequeñas y la de grietas grandes (Fig. 4.25). De las ecuaciones anteriores se deduce que:

$$l_o = \frac{1}{\pi} \left(\frac{\Delta K_{th}}{\Delta\sigma_e} \right)^2 \quad (4.17)$$

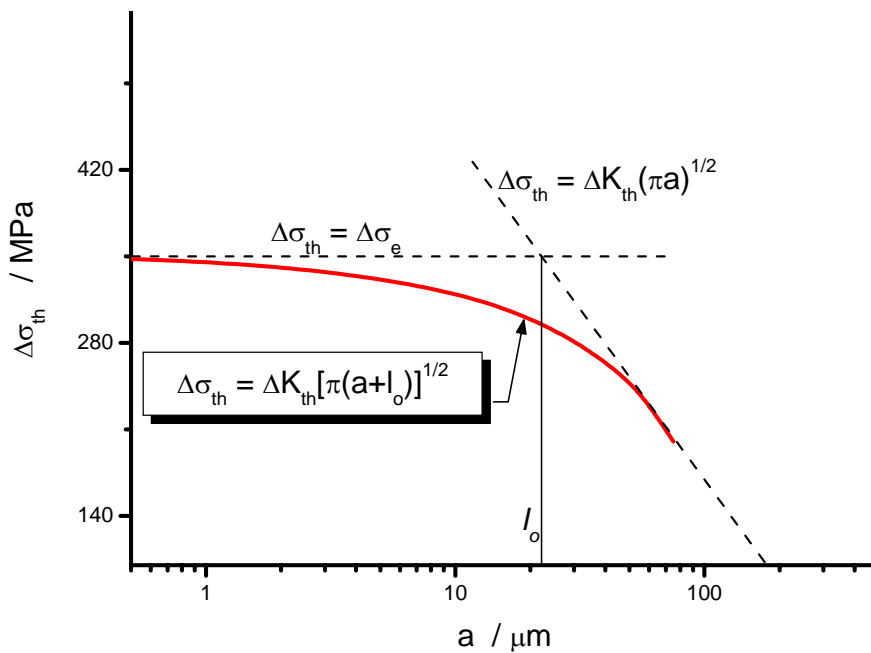


Fig. 4.25. Diagrama de Kitagawa-Takahashi.

4.4.4. Ensayos tribológicos

Para el estudio de las propiedades tribológicas se han realizado ensayos de fricción según norma ASTM G 99-04^a, empleando un tribómetro pin-on-disc CSEM (Figs. 4.26 y 4.27), acondicionado con una unidad de control de humedad y temperatura.

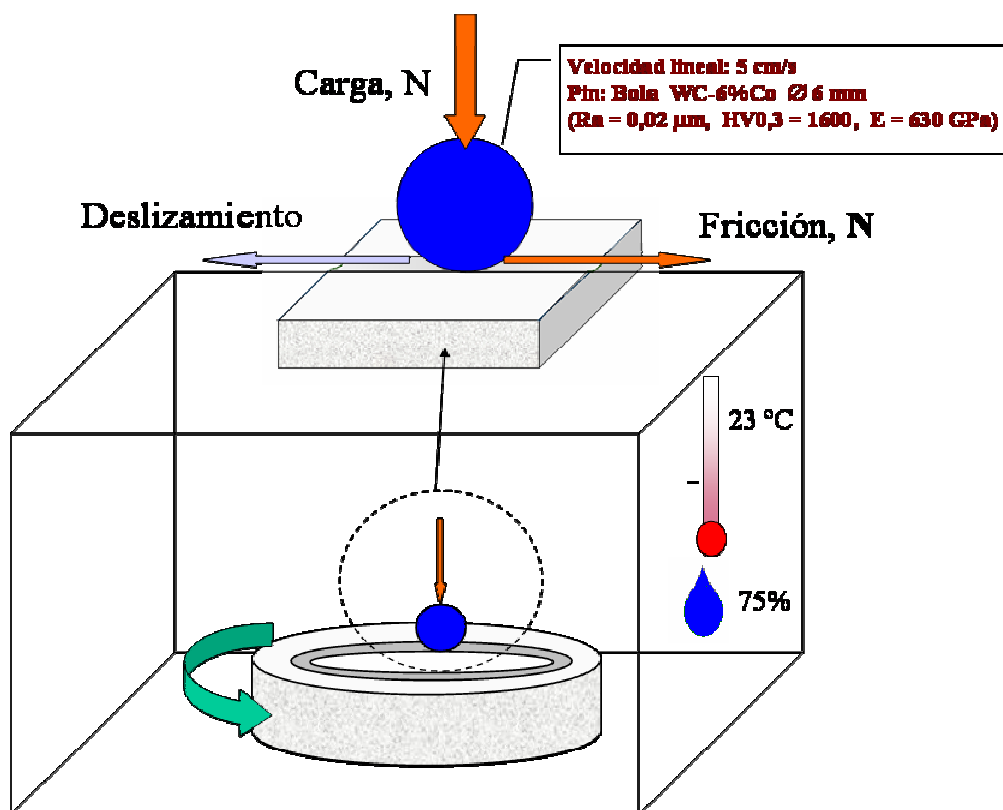


Fig. 4.26. Esquema del funcionamiento del tribómetro pin-on-disc

Los ensayos se efectuaron con una velocidad lineal constante de $5 \text{ cm} \cdot \text{s}^{-1}$ y con cargas aplicadas de 10 N y de 20 N, empleando como pin una bola de WC-6%Co de 6 mm de diámetro, una rugosidad R_a de 0,02 mm, una dureza de 1600 HV0,3, un módulo de Young de 630 GPa y un coeficiente de Poisson de 0,21. Como discos se utilizaron los materiales estudiados, y para ello se mecanizaron discos de 30 mm de diámetro por 6 mm de altura. Las condiciones ambientales se ajustaron a una humedad relativa del 75% y una temperatura de 23 °C. Todos los ensayos se realizaron sin lubricación ni retirada de productos de fricción.

La rugosidad de las muestras y el canal de desgaste en las mismas se evaluaron con un rugosímetro-perfilómetro Taylor-Hobson Talysurf Plus (Figs. 4.28, 4.29 y 4.30). Para la determinación de la velocidad de desgaste se midió la superficie transversal del canal de desgaste cada 2000 vueltas.

Una vez realizados los ensayos tribológicos, las muestras se seccionaron transversalmente y se montaron probetas metalográficas para el estudio de las zonas de desgaste mediante microscopia electrónica.

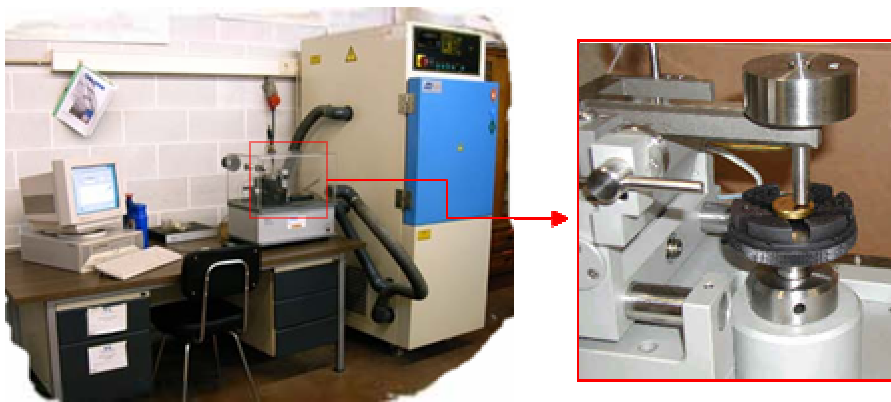


Fig. 4.27. Tribómetro pin-on-disc CSEM.

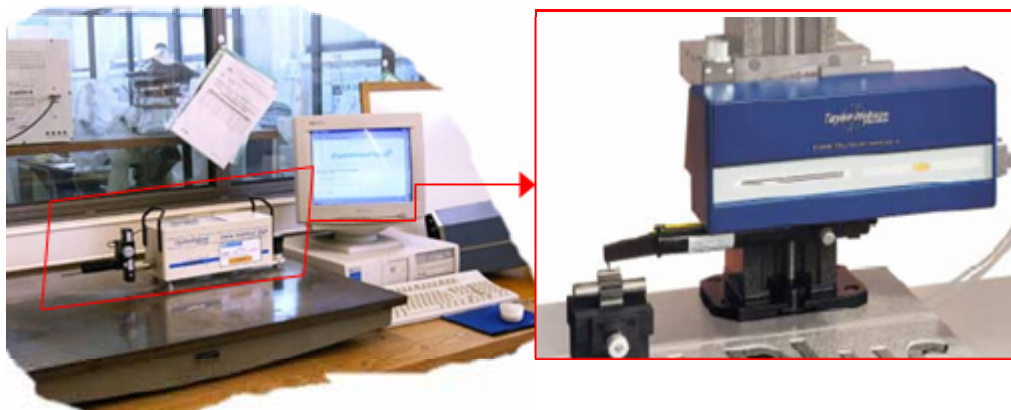


Fig. 4.28. Rugosímetro-perfilómetro Taylor-Hobson.

La determinación de la tensión de compresión a través del diámetro (Fig. 4.29) se determinó mediante la expresión siguiente [Sar90]:

$$\sigma_{m\acute{a}x} = \frac{3N}{2\pi a^2} \quad (4.15)$$

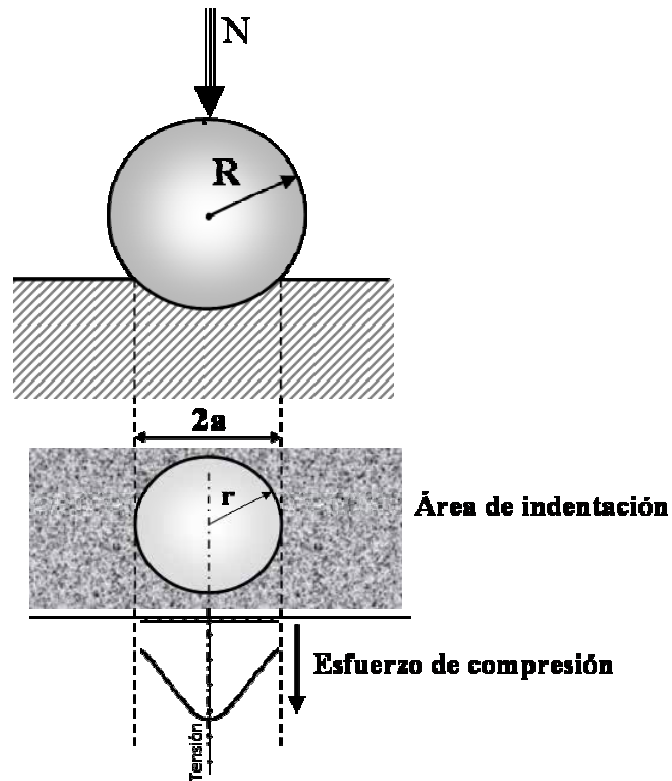


Fig. 4.29 Bola presionando sobre una superficie plana.

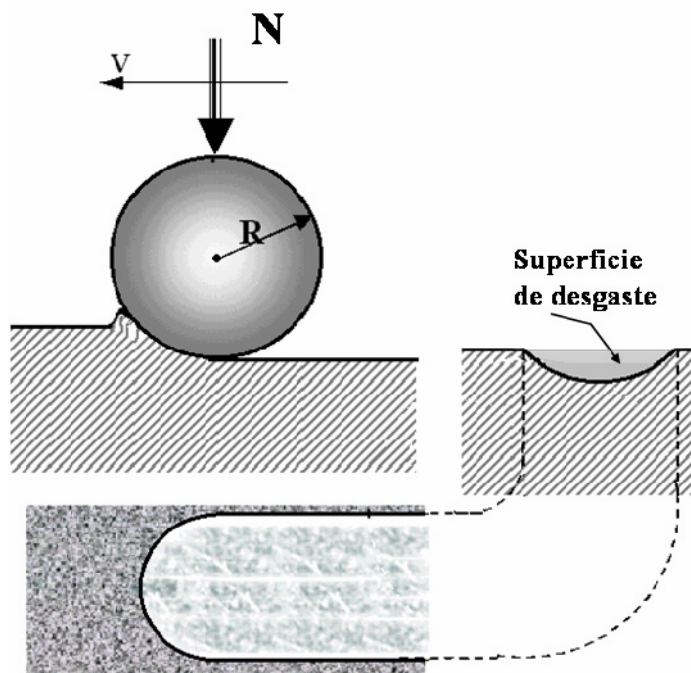


Fig. 4.30. Desgaste ocasionado por una bola deslizando con una presión sobre una superficie plana.

El desgaste se consideró inicialmente como el valor del área del canal desgaste frente al nº de vueltas. También se define un volumen específico de desgaste como la cantidad de material arrancado por longitud de deslizamiento (ASTM G-99).

4.5. ENSAYOS DE CORROSIÓN

4.5.1. Preparación de probetas

Para los ensayos en cámara de niebla salino-acética (NSA) las probetas se han embutido en resina epoxi y se han pulido para su observación mediante microscopia óptica y electrónica. El estudio se ha realizado en secciones transversales a la superficie de ataque.

Para los ensayos electroquímicos las probetas se han desbastado hasta grado 600. A continuación se les ha soldado un cable de cobre plastificado y se han embutido en resina epoxi. Finalmente, se han pulido hasta grado 1200, se han desengrasado en etanol, se han secado a temperatura ambiente y se ha procedido a realizar el ensayo. La disolución de ensayo ha sido NaCl del 3,5%, preparada con agua destilada y NaCl químicamente puro.

4.5.2. Corrosión en cámara de niebla salino-acética (NSA)

Para evaluar el comportamiento frente a la corrosión de los materiales se ha realizado un ensayo en cámara de niebla salino-acética (NSA) (Fig. 4.31), de acuerdo con la norma DIN 50.021: 5 ± 1 % NaCl, 35 ± 2 °C, pH entre 3,1 y 3,3 y presión 1 bar. Siguiendo la norma, las muestras se colocan con una inclinación de entre 15° y 30° respecto a la vertical.

Para determinar el avance de la corrosión se ha realizado un análisis visual cada 8 horas. El ensayo finaliza cuando las muestras presentan indicios de corrosión. En algunos casos se han mantenido más tiempo en la cámara a fin de facilitar el mecanismo de ataque.

4.5.3. Procedimientos electroquímicos

4.5.3.1. Curvas de polarización

Se ha utilizado el potencióstato de la marca EG&G PARC, modelo 273A, utilizando la configuración clásica de tres electrodos: electrodo de trabajo, contraelectrodo y electrodo de referencia. Como contraelectrodo se utilizó una malla de platino con un área de $4 \times 9 \text{ cm}^2$ y el electrodo de referencia fue el de calomelanos saturado (ECS). Se han realizado medidas de polarización después de 30 minutos de inmersión en la solución acuosa de NaCl al 3,5%. Los ensayos se han realizado en medios aireados, es decir sin burbujear nitrógeno.

Para el trazado de las curvas de polarización se procede de la siguiente forma [Bai05]: para la rama anódica se aplican potenciales cada vez mayores al material y se registran las correspondientes respuestas del sistema en intensidad. De igual manera, para el trazado de la rama catódica se imponen potenciales inferiores a los de corrosión y se registran datos de intensidad catódica, tal como se muestra en la Fig. 4.31a. Siguiendo el procedimiento propuesto por Evans [Eva81], para visualizar mejor gráficamente los valores de E_{cor} y I_{cor} se puede abatir la curva catódica sobre el eje positivo de intensidades (Fig. 4.31b).

Las curvas obtenidas no se ajustan exactamente al proceso de corrosión, teniendo en cuenta que se ha sacado el sistema del equilibrio. Los procesos teóricos se ajustarían a un trazado como el mostrado con líneas discontinuas en la Fig. 4.31b.

Las curvas de polarización se obtuvieron después de 30 minutos de inmersión de las probetas en NaCl al 3,5%, una vez estabilizado el E_{cor} . Se aplicó un barrido en potencial, a una velocidad de polarización de $0,16 \text{ mV s}^{-1}$, desde $-0,3 \text{ V}_{\text{ECS}}$ hasta $-0,5 \text{ V}_{\text{ECS}}$, con respecto al E_{corr} .

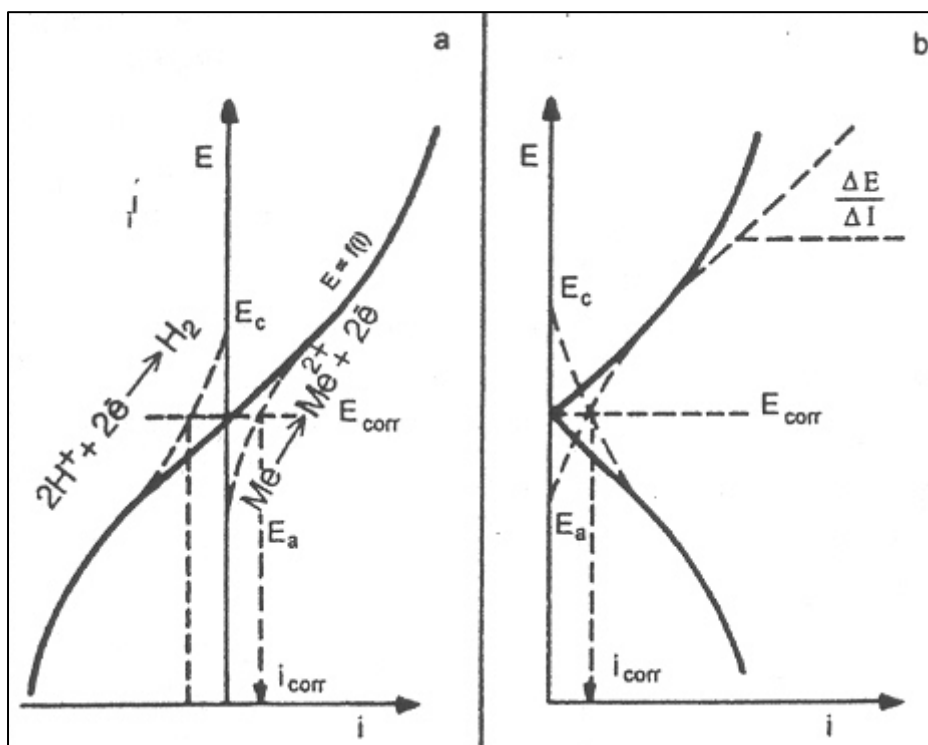


Fig. 4.31. Representación de las curvas potencial-corriente para fenómenos de corrosión en los que solo participan factores de polarización por activación a) curva experimental por trazo continuo; en trazo discontinuo, las curvas correspondientes a los procesos anódico y catódico. b) diagrama de Evans (trazado discontinuo) [Ote97].

4.5.3.2. Medidas de impedancia electroquímica (EIS)

La espectroscopia de impedancia electroquímica, EIS (Electrochemical Impedance Spectroscopy), es una técnica que permite separar la contribución de los distintos fenómenos que tienen lugar en la interfase metal/medio agresivo (corrosión, procesos de adsorción-desorción y difusión en la superficie del electrodo), en un amplio intervalo de frecuencias [Bas86].

Para analizar la variación de la impedancia con la frecuencia en una pila o célula electroquímica es de gran utilidad recurrir al concepto de *circuito equivalente*, circuito constituido por una hipotética combinación de elementos eléctricos pasivos que tienen un comportamiento similar al del electrodo estudiado [FFe85]. En la Fig. 4.32a se representa un circuito sencillo que permite analizar el diagrama de Nyquist de la Fig. 4.32b.

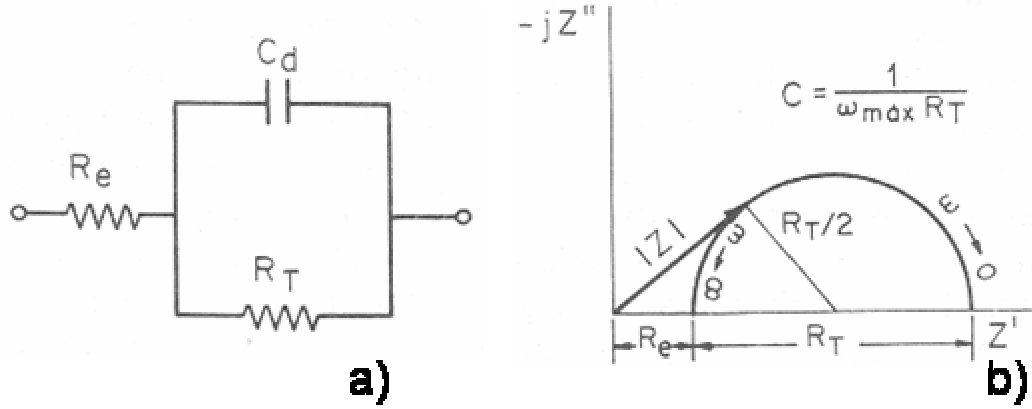


Fig. 4.32. a) Circuito eléctrico equivalente de Rancles de una célula electroquímica y b) Diagrama de Nyquist del circuito anterior [Gon89].

Puesto que la impedancia es función de la frecuencia, para cada valor de la frecuencia de la onda aplicada se obtienen nuevos valores de las componentes real e imaginaria de la impedancia. El lugar geométrico de la sucesión de puntos recorrida por los extremos de estos vectores, para los diferentes valores de la frecuencia de la onda aplicada, constituye el diagrama de Nyquist.

Este diagrama permite identificar los diferentes parámetros que definirán el ensayo de impedancias. Así R_T es la resistencia de transferencia de cargas, R_e . En un sistema bajo control de activación, R_T coincide con la resistencia de polarización, R_p , medida con corriente continua, y con ella se puede determinar la velocidad de corrosión i_{corr} :

$$i_{corr} = B / R_p \quad (4.16)$$

Donde B es una constante definida por:

$$B = \frac{\beta_a \beta_c}{2,303(\beta_a + \beta_c)} \quad (4.17)$$

Donde β_a y β_c son las pendientes anódicas y catódicas, respectivamente, determinadas en las curvas de polarización

[Gon89]. C_d es la capacidad de la doble capa electroquímica que se forma en la interfase electrodo/electrolito.

Diversas aplicaciones industriales usan esta técnica para el control de calidad de metales recubiertos con capas de pintura o dieléctricos y su comportamiento en medios corrosivos [Wal86] [Man95].

Las medidas de impedancia se han llevado a cabo en el potencial de corrosión (E_{corr}), utilizando un Solartron, modelo 1250, en un intervalo de frecuencias entre 10 kHz y 1 mHz, a una velocidad de barrido de la frecuencia de 5 pasos/década. Las medidas de EIS se toman después de estar la muestra sumergida 30 minutos en una solución acuosa de NaCl al 3,5%, a temperatura ambiente. El área de trabajo del electrodo es de 1 cm².